
Randschichtmodifikation von integral verzweigten Blechprofilen mit UFG Gradientengefügen

Vom Fachbereich Material- und Geowissen-
schaften der TU Darmstadt

zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor Ingenieurs
(Dr.-Ing.)

genehmigte Dissertation
vorgelegt von

Dipl.-Ing. Jennifer Bödecker (geb. Schuster)
aus Viernheim

Hauptberichterstatter:
Nebenberichterstatter:

Prof. Dr. C. Müller
Prof. Dr. W. Ensinger

Tag der Einreichung:
Tag der mündlichen Prüfung:

30.08.2013
23.10.2013

Darmstadt 2013

D17

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Literaturübersicht	3
2.1. Ultrafeinkörnige Gefüge	3
2.1.1. Definition	3
2.2. Erzeugung ultrafeinkörniger Gefüge	3
2.2.1. Equal-Channel Angular Pressing (ECAP)	5
2.2.2. High Pressure Torsion (HPT)	6
2.2.3. Accumulative Roll Bonding (ARB)	7
2.2.4. Surface Severe Plastic Deformation (S ² PD)	8
2.2.5. Eigenschaften von UFG Werkstoffen	9
2.3. Spaltprofilieren und Spaltbiegen	19
2.3.1. Verzweigte Strukturen	19
2.3.2. Spaltprofilieren	20
2.3.3. Spaltbiegen	22
2.3.4. Gefüge in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen	24
2.3.5. Eigenschaften der UFG Gefüge in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen	25
2.4. Plasmanitrieren	30
2.4.1. Nitrieren von UFG Gefügen	36
2.5. Kugelstrahlen	40
2.6. Fragestellung der Arbeit	43
3. Experimentelle Durchführung	45
3.1. Werkstoffe	45
3.1.1. ZStE 500	45
3.1.2. DD11	45
3.1.3. ZStE 340	46
3.2. Fertigungsverfahren	46
3.2.1. Spaltprofilieren	46
3.2.2. Spaltbiegen	47
3.3. Randschichtmodifikation	47
3.3.1. Plasmanitrieren	47
3.3.2. Kugelstrahlen	47
3.4. Wärmebehandlungen	48
3.5. Elektrolytisches Polieren	48

3.6.	Gefügecharakterisierung	49
3.6.1.	Metallographische Präparation	49
3.6.2.	Mikroskopie	51
3.6.3.	Gefügeanalyse	52
3.7.	Eigenspannungsmessungen	53
3.8.	Rauigkeitsmessungen	54
3.9.	Mechanische Werkstoffcharakterisierung	54
3.9.1.	Härtemessungen	54
3.9.2.	Zugversuche	56
3.9.3.	Ermüdung	56
3.10.	Wälzverschleiß	57
4.	Ergebnisse	59
4.1.	Plasmanitrieren	59
4.1.1.	Gefüge	59
4.1.2.	Rauigkeit	70
4.1.3.	Eigenspannungen	72
4.1.4.	Härte	74
4.1.5.	Festigkeit	83
4.1.6.	Ermüdung	83
4.1.7.	Zyklische Stabilität	87
4.1.8.	Wälzverschleiß	89
4.2.	Kugelstrahlen	90
4.2.1.	Gefüge	90
4.2.2.	Rauigkeit	93
4.2.3.	Eigenspannungen	95
4.2.4.	Härte	97
4.2.5.	Ermüdung	99
4.2.6.	Zyklische Stabilität	103

5. Diskussion	105
5.1. Plasmanitrieren von UFG Gefügen in Spaltprofilen	105
5.1.1. Diffusionswege in pancake-förmigen UFG Gefügen	106
5.1.2. Verbindungsschichten	108
5.1.3. Einfluss der Versetzungsdichte auf die Nitrierbarkeit von UFG Gefügen	110
5.1.4. Mechanische Eigenschaften plasmanitrierter Spaltprofile	113
5.1.5. Thermische Stabilität plasmanitrierter Spaltprofile	119
5.1.6. Optimale Prozesstemperaturen für das Plasmanitrieren spaltprofilierter Bauteile	121
5.2. Kugelstrahlen von UFG Gefügen in Spaltbiegeprofilen	121
6. Zusammenfassung	125
7. Ausblick	129
8. Literaturverzeichnis	130
Anhang	148

1. Einleitung

Spaltprofilieren sowie Spaltbiegen sind innovative Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung integral verzweigter Blechstrukturen. Die aus Blechen hergestellten, verzweigten Strukturen sind insbesondere für Leichtbauanwendungen interessant, da durch die Verzweigungen eine hohe Steifigkeit bei gleichzeitig geringem Bauteilgewicht erreicht werden kann. Ein weiterer Vorteil der Verfahren Spaltprofilieren und Spaltbiegen ist die prozessimmanente Entstehung ultrafeinkörniger (UFG) Gefüge. Die durch das Spaltprofilieren bzw. Spaltbiegen erzeugten UFG Gefüge weisen eine längste, pancake-förmige Kornform auf und liegen an den gespaltenen Bauteiloberflächen bis in eine Tiefe von 300 μm bzw. 500 μm vor. Mit den ultrafeinkörnigen Gefügen geht eine Verdopplung der Härte und Festigkeit sowie eine deutliche Erhöhung der Dauerfestigkeit einher, verglichen zu dem Blechmaterial im unverformten Ausgangszustand. Durch die sehr guten mechanischen Eigenschaften der UFG Gefüge und durch die Form der Spaltprofile eignen sich spaltprofilierte Bauteile insbesondere für den Einsatz als Linearführung. Spaltgebogene Profile können in Stringerprofile umgeformt werden und bieten so die Möglichkeit, beispielsweise im Bereich der Luftfahrt eingesetzt zu werden.

Im Fall von Linearführungen sind die Profile im Bereich der UFG Gefüge starken Verschleißbeanspruchungen ausgesetzt; es empfiehlt sich daher die ultrafeinkörnigen Gefüge in Spaltprofilen durch eine Randschichtmodifikation im Hinblick auf eine noch höhere Festigkeit und somit eine gesteigerte Verschleißbeständigkeit hin zu optimieren. Bislang liegen keine Erkenntnisse zur Randschichtmodifikation von Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen bzw. dem Einfluss derartiger Verfahren auf deren Gefüge und Eigenschaften vor. Die Verfahren der Randschichtmodifikation sind meist thermochemische Verfahren, die hohe Prozesstemperaturen benötigen. Da sich die ultrafeinkörnigen Gefüge von Spaltprofilen sowie Spaltbiegeprofilen aufgrund ihrer hohen Dichte an Versetzungen nicht im thermodynamischen Gleichgewicht befinden, besteht eine hohe Triebkraft für Erholungsvorgänge und für die Rekristallisation des Gefüges. Die erhöhten Prozesstemperaturen bergen somit das Risiko der Zerstörung der ultrafeinkörnigen Gefüge und der damit verbundenen guten mechanischen Eigenschaften. Folglich erscheinen insbesondere Verfahren, die nur möglichst geringe Prozesstemperaturen benötigen, zur Randschichtbehandlung von Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen geeignet. Aus diesem Grund wurde für die hier vorgestellten Untersuchungen das Plasmanitrieren ausgewählt, welches im Vergleich zum Gasnitrieren, Borieren oder Einsatzhärten eine wesentlich geringere thermische Beeinflussung des Grundwerkstoffes erwarten lässt. Bisherige Untersuchungen zum Nitrieren ultrafeinkörniger Gefüge ergaben, dass aufgrund der hohen Korngrenzen- und Defektdichte in UFG Gefügen der Nitrierprozess bei signifikant niedrigeren Temperaturen möglich wird. Inwiefern sich diese Ergebnisse auf die UFG Gefüge in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen übertragen lassen, ist Gegenstand der Untersuchungen in der vorliegenden Arbeit.

Desweiteren gilt es zu klären, ob sich geeignete Prozessparameter finden lassen, bei denen einerseits die Gefügeabmessungen sowie die mechanischen Eigenschaften der UFG Gefüge erhalten bleiben und die andererseits die notwendigen Diffusionsprozesse und die Bildung von Nitriden erlauben und so zu einer Steigerung von Festigkeit, Härte und Verschleißbeständigkeit führen.

Im Hinblick auf den Einsatz von Spaltbiegeprofilen in Form von Stringerprofilen im Bereich der Luftfahrt sind die Ermüdungseigenschaften der ultrafeinkörnigen Gefüge von großer Wichtigkeit. Eine weitere zu optimierende Eigenschaft stellt somit das Ermüdungsverhalten von UFG Gefügen in Spaltbiegeprofilen dar. Dies soll durch Kugelstrahlen erreicht werden, einer klassischen Methode zur Steigerung der Schwingfestigkeit metallischer Bauteile. Die Gründe für die Wahl liegen in der einfachen Anwendung von Kugelstrahlen bei geometrisch komplizierteren Bauteilen und in der Geschwindigkeit des Verfahrens, die eine Integration in den Spaltbiegeprozess denkbar macht.

Der Einfluss von Kugelstrahlen auf UFG Gefüge, als nachträgliche Methode zur Steigerung ihrer Ermüdungsfestigkeit, ist bislang noch nicht bekannt. Ultrafeinkörnige Gefüge bieten aufgrund ihrer erhöhten Festigkeit prinzipiell ein großes Potential zum Einbringen von Druckeigenstressungen. Kugelstrahlen könnte somit die Ermüdungsfestigkeit von Werkstoffen mit UFG Gefügen steigern und ihr Leichtbaupotential weiter verbessern. Das geringe Verfestigungsvermögen ultrafeinkörniger Gefüge sowie die Möglichkeit einer zyklischen Entfestigung könnten dem jedoch entgegenwirken. Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, das Potential von Kugelstrahlen zur Steigerung der Ermüdungsfestigkeit und Lebensdauer von spaltgebogenen Bauteilen mit ultrafeinkörnigen Gefügen zu ermitteln.

2. Literaturübersicht

2.1. Ultrafeinkörnige Gefüge

2.1.1. Definition

Polykristalline Materialien mit einer mittleren Korngröße $< 1 \mu\text{m}$ aber $> 100 \text{ nm}$ bezeichnet man als ultrafeinkörnige (UFG) Materialien. Liegen die Korngrößen unterhalb 100 nm spricht man von nanokristallinen Werkstoffen [Kumar, 2003; Wei, 2004]. Nach Valiev et al. [Valiev, 2006a] handelt es sich bei UFG Gefügen um Polykristalle, deren Korngröße im Submikrometerbereich (zwischen $0,1 - 1 \mu\text{m}$) liegt. Die Körner des Polykristalls müssen annähernd gleichachsig sein und einen Anteil von mindestens 50% an Großwinkelkorngrenzen aufweisen. Nach Pragnell [Pragnell, 2001] ist die Voraussetzung für ultrafeinkörnige Gefüge, dass der mittlere Abstand zwischen den Großwinkelkorngrenzen in allen Raumrichtungen im Submikrometerbereich liegt und der Anteil an Großwinkelkorngrenzen mindestens 70% beträgt. Die in dieser Arbeit als UFG Gefüge bezeichneten Gefüge gehen auf die Definition von Valiev et al. zurück, unter Einbeziehung des stark ausgeprägten Streckungsgrades des Gefüges.

2.2. Erzeugung ultrafeinkörniger Gefüge

Nanokristalline bzw. ultrafeinkörnige Gefüge können durch sogenannte „bottom up“ oder „top down“ Verfahren hergestellt werden [Zhu, 2004]. Bei „bottom up“ Verfahren werden nanokristalline bzw. UFG Werkstoffe durch die Verbindung einzelner Atome hergestellt. Zu diesen Verfahren gehören beispielsweise die Inertgaskondensation [Gleiter, 1989] und die gepulste Elektrodeposition [Natter, 1998]. Ein Nachteil der „bottom up“ Verfahren liegt in den relativ geringen Probenabmessungen [Valiev, 2006b]. Bei „top down“ Verfahren werden grobkörnige Werkstoffe durch eine Kornfeinung in nanokristalline bzw. ultrafeinkörnige Werkstoffe umgewandelt. Dies geschieht durch Prozesse der severe plastic deformation (SPD), wie zum Beispiel Equal-Channel Angular Pressing (ECAP), High Pressure Torsion (HPT) und Accumulative Roll Bonding (ARB), welche in den folgenden Abschnitten detaillierter vorgestellt werden. Mithilfe der „top down“ Verfahren können nanokristalline bzw. ultrafeinkörnige Werkstoffe aus kommerziell erhältlichen Massivwerkstoffen hergestellt werden. Ein wesentlicher Vorteil der SPD-Verfahren ist die Möglichkeit der Herstellung von Bulkmaterial, ohne das Auftreten von Porosität [Horita, 2001; Jiang, 2000]. Charakteristisch für SPD-Prozesse sind relativ niedrige Prozesstemperaturen ($< 0,4 T_m$) sowie die Beibehaltung der Werkstückgeometrie [Valiev, 2009].

Gefügeentwicklung

In der Literatur wird die Entstehung ultrafeinkörniger Gefüge bei plastischer Umformung mit hohen Dehnungen auf eine dynamische Rekristallisation [Belyakov, 2001; Su, 2005] oder eine Fragmentierung der Körner durch eine Umwandlung der Subkornstrukturen in Großwinkelkorngrenzen [Valiev, 2006a; Pragnell, 2001] zurückgeführt.

Nach Hansen [Hansen, 2001; Hughes, 1997; Doherty, 1997] liegen bereits bei niedrigen plastischen Dehnungen verformungsinduzierte Subkornstrukturen vor, welche sich in geometrisch notwendige und zufällige Subkorngrenzen (Versetzungszellwände) unterteilen lassen. Der Abstand der Versetzungszellwände entspricht den Dimensionen einer Versetzungszelle, die sich in den Ausgangskörnern gebildet haben. Unter Zellblöcken versteht man mehrere benachbarte Versetzungszellen, welche durch „dense dislocation walls“ (DDW) und Mikrobänder voneinander getrennt sind. Mit zunehmender Dehnung nimmt die Fehlorientierung der Subkornstrukturen zu. Die geometrisch notwendigen Subkorngrenzen richten sich in Scherrichtung aus und bilden eine lamellare Struktur (siehe Abb. 1). Bei weiterer Verformung nimmt der Abstand der Lamellen so lange ab, bis ein Gleichgewicht zwischen neu eingebrachten Versetzungen und deren Annihilation eintritt. Mit diesem Gleichgewichtszustand stellt sich ein minimaler Abstand der lamellenförmigen Körner ein. Ein Großteil der gebildeten Subkornstrukturen wandelt sich durch die plastische Verformung zu Großwinkelkorngrenzen um, bei sehr hohen Dehnungen kommt es zunehmend zu dem Zerfall der lamellenförmigen Körner in kürzere Segmente. Eine ähnliche Darstellung der Gefügeentwicklung wird von Tao et al. an durch Surface Mechanical Attrition (SMA) erzeugten nanostrukturierten Proben gezeigt [Tao, 2002].

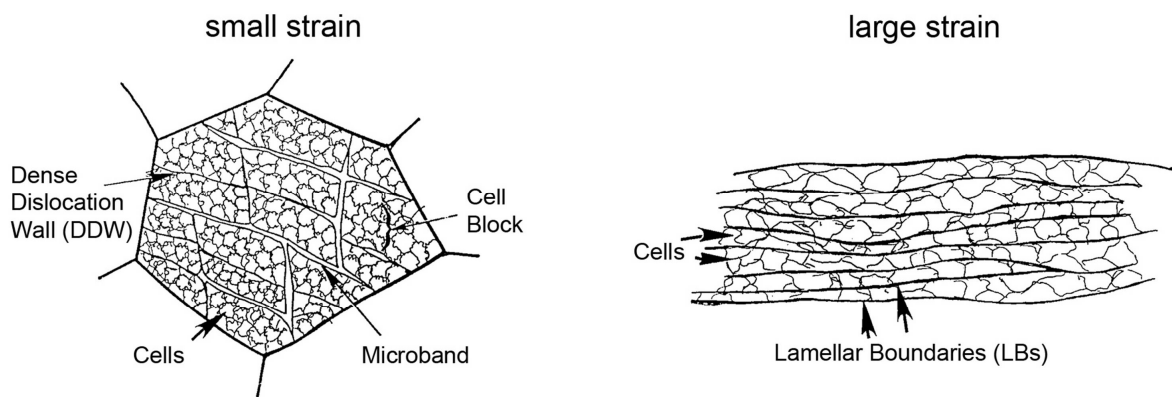


Abb. 1: Subkornstrukturen bei geringen (links) und großen Dehnungen (rechts) [Hughes, 1997]

2.2.1. Equal-Channel Angular Pressing (ECAP)

Equal-Channel Angular Pressing (ECAP) [Segal, 1981] ist die am weitesten entwickelte SPD-Prozesstechnik. Hierbei wird ein stabförmiger Barren als Werkstück verwendet und in eine Matrize gepresst. Die Matrize besitzt zwei miteinander verbundene Kanäle, die um den Winkel Φ gegeneinander verkippt sind (siehe Abb. 2a). Das Werkstück wird mithilfe eines Stempels durch die gegeneinander verkippten Kanäle gepresst. Die Querschnittsfläche des Werkstückes wird hierbei nicht verändert, der Prozess kann demnach beliebig oft wiederholt werden. Im Übergangsbereich der beiden Kanäle wird das Werkstück durch das Abknicken einer Scherbelastung ausgesetzt. Durch wiederholtes Pressen kommt es durch die auftretenden Scherkräfte zu der Ausbildung ultrafeinkörniger Gefüge [Valiev, 2006a].

Die während des Pressens auftretenden Dehnungen hängen von dem Winkel Φ der gegeneinander verkippten Kanäle sowie von dem äußeren Biegewinkel ψ ab [Iwahashi, 1996]. Bei einem Kanalwinkel von $\Phi = 90^\circ$ ergeben sich Dehnungen von etwa 1 [Nakashima, 1998], durch wiederholtes Pressen werden immer höhere Dehnungen realisierbar [Dalla Torre, 2004].

Durch eine Probenrotation zwischen den einzelnen Pressdurchgängen ergeben sich verschiedene Prozess-Routen, die zu Schervorgängen in unterschiedlichen Ebenen des Werkstückes führen [Furukawa, 2001]. Die am häufigsten verwendeten Routen sind Route A, B_A, B_C und C (siehe Abb. 2b). Route B_C führt am schnellsten zu der Ausbildung einer gleichachsigen, ultrafeinkörnigen Mikrostruktur [Furukawa, 1998].

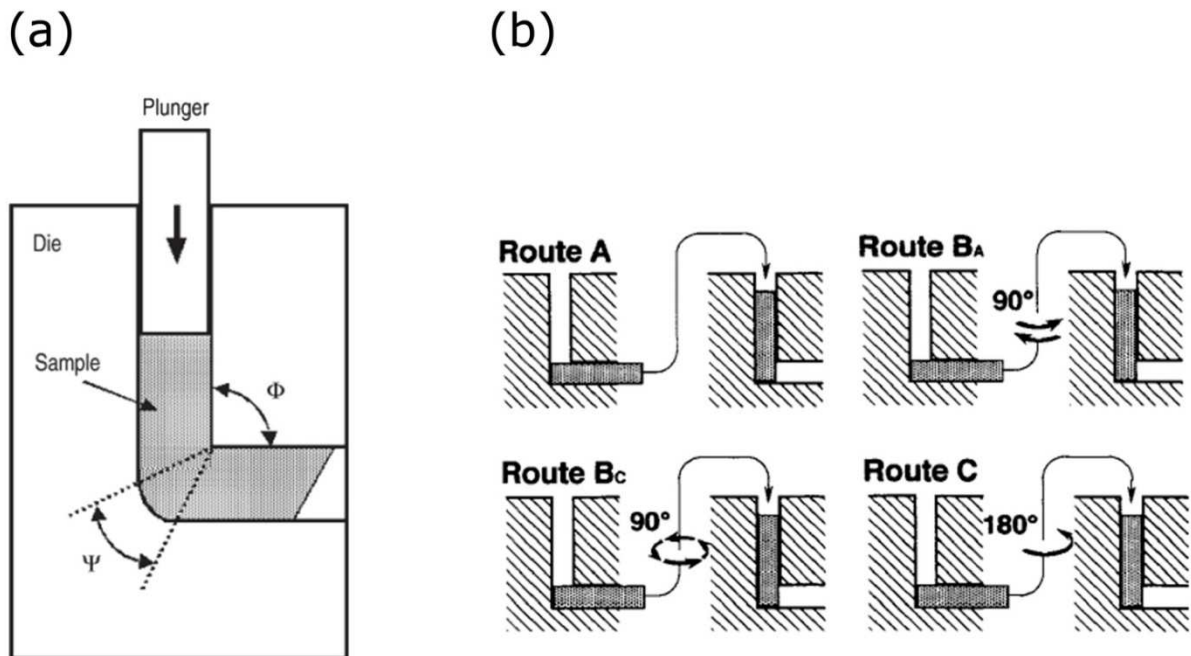


Abb. 2: ECAP, schematischer Prozessablauf (a), verschiedene ECAP-Routen (b) [Valiev, 2006a; Horita, 2000]

2.2.2. High Pressure Torsion (HPT)

Bei dem High Pressure Torsion (HPT)-Verfahren wird eine scheibenförmige Probe unter hohem hydrostatischem Druck tordiert. Die Probe befindet sich hierbei zwischen zwei Pressstempeln; durch eine einander gegenläufige Rotation der Pressstempel werden plastische Dehnungen in der Probe induziert (siehe Abb. 3a). Bei der Prozessführung wird zwischen zwei Varianten unterschieden: „constrained“-HPT und „unconstrained“-HPT. Bei „constrained“-HPT befindet sich die Probe in einer Aussparung des unteren Pressstempels; ein freies Fließen der Probe während des Prozesses ist somit nicht möglich. Bei der „unconstrained“-HPT-Methode befindet sich die Probe hingegen zwischen den Pressstempeln und kann in radialer Richtung fließen [Zhilyaev, 2005; Huang, 2013] (siehe Abb. 3b).

In den HPT-Proben liegt ein Gradient bezüglich der Scherdehnung vor. Am Probenrand sind die Scherdehnungen am höchsten, zur Probenmitte hin werden sie kontinuierlich kleiner. Der Gradient in den Scherdehnungen bewirkt auch einen Gradienten im Gefüge. Mit zunehmender Anzahl an Umdrehung nimmt dieser Gradient jedoch ab und es lassen sich annähernd homogene Gefüge einstellen [Sakai, 2005]. Die durch HPT hergestellten Proben besitzen im Vergleich zu ECAP oder ARB in der Regel deutlich kleinere Abmessungen.

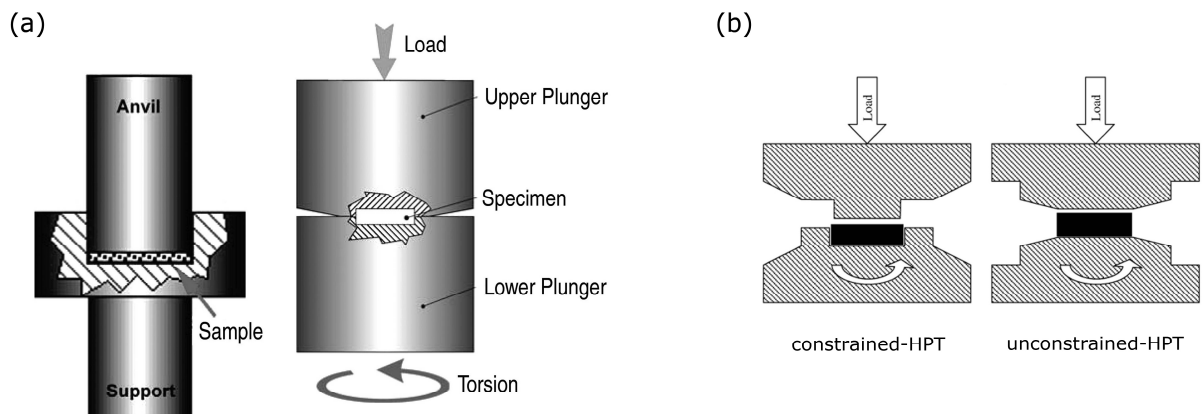


Abb. 3: Schematische Darstellung des HPT-Prozesses (a) [Valiev, 2006a], (b) [Zhilyaev, 2005]

2.2.3. Accumulative Roll Bonding (ARB)

Bei dem Prozess des Accumulative Roll Bonding (ARB) werden zwei Bleche des Ausgangsmaterials gleicher Abmessung mithilfe des Roll-Bond-Verfahrens miteinander verbunden und auf die Ausgangsblechdicke gewalzt (siehe Abb. 4). Um eine gute Haftung der Bleche zu gewährleisten, werden ihre Oberflächen gereinigt und aufgeraut. Anschließend wird das gewalzte Blech erneut halbiert, die Oberflächen werden gereinigt, die Blechhälften aufeinander gestapelt und erneut gewalzt. Dieser Prozess wird kontinuierlich wiederholt. Der Walzvorgang findet bei erhöhten Temperaturen statt, um eine ausreichende Duktilität und Haftungsfestigkeit der Bleche zu gewährleisten. Die Temperatur darf jedoch nicht die Rekristallisationstemperatur erreichen [Saito, 1999; Tsuji, 2003].

Durch die Dickenreduktion der Bleche tritt bei dem ARB-Prozess neben der Scherverformung auch eine Walzverformung des Bauteils auf. Die Scherverformung wird durch die Reibungskräfte zwischen Blech und Walze induziert und liegt daher nur in einem oberflächennahen Bereich der Bleche vor. Durch das mehrfache Teilen und Walzen des Bleches werden nach mehreren Prozessschritten jedoch auch Scherdehnungen in das Bauteilinnere eingebracht. Durch die während des Prozesses in das Material eingebrachten hohen plastischen Dehnungen kommt es zu der Entstehung ultrafeinkörniger Gefüge. Die durch ARB erzeugten UFG Gefüge weisen eine lamellare bzw. pancake-förmige Struktur auf [Li, 2006].

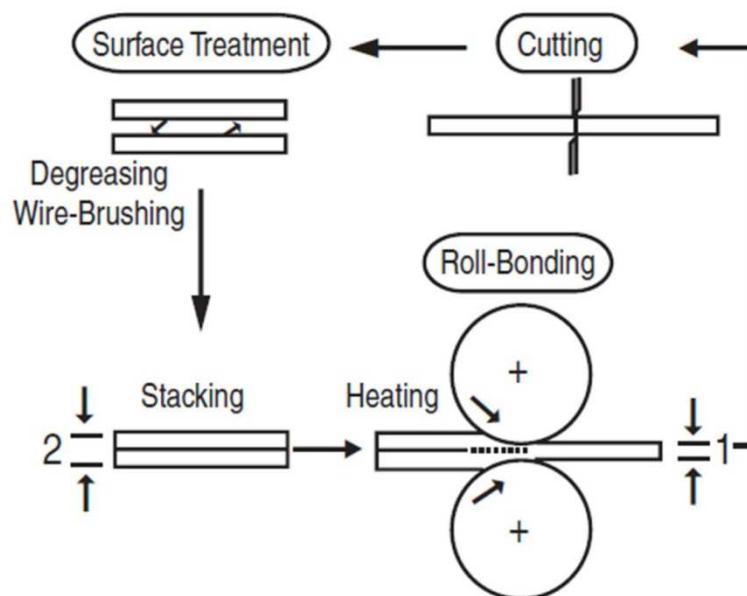


Abb. 4: Prinzip des Accumulative Roll Bonding (ARB) [Valiev, 2006a]

2.2.4. Surface Severe Plastic Deformation (S^2PD)

Die technische Einsetzbarkeit von Bulk-UFG Material ist bislang durch die Schwierigkeiten in der Herstellung, insbesondere der kontinuierlichen Herstellung, begrenzt. Da viele Formen des Materialversagens von der Bauteiloberfläche ausgehen, wie beispielsweise Ermüdungsrisse, Verschleiß, Korrosion etc., sieht ein neuer Ansatz die lokale Erzeugung ultrafeinkörniger Gefüge vor, um die am stärksten beanspruchten Bereiche in Bauteilen durch die Erzeugung von UFG Gefügen zu verstärken. Die Erzeugung ultrafeinkörniger Oberflächen kann durch konventionelle Methoden, wie Beschichtungs- bzw. Abscheideverfahren (PVD, CVD etc.) erfolgen. Ein kritischer Aspekt liegt hierbei in der Haftfestigkeit der Schicht mit dem Grundwerkstoff bzw. innerhalb der Schicht [Lu, 2009; Lu, 2004].

Ein alternatives Verfahren zur Erzeugung ultrafeinkörniger bzw. nanokristalliner Oberflächen ist die Surface Severe Plastic Deformation (S^2PD), basierend auf der plastischen Verformung der Bauteiloberfläche [Lu, 1999]. Durch das Einbringen hoher plastischer Dehnungen im oberflächennahen Bereich des Bauteils kommt es, analog zu den SPD-Verfahren, zu der Bildung von nano- bzw. UFG Strukturen im Bereich der Bauteiloberfläche [Tao, 2002; Lu, 2009]. Alle Methoden der S^2PD , welche auf einer Verformung der Bauteiloberfläche durch auftreffende Kugeln oder Partikel beruhen (ähnlich dem Kugelstrahlen), werden unter dem Begriff SMAT (Surface Mechanical Attrition Treatment) zusammengefasst (siehe Abb. 5). Hierbei werden durch Strahlmittel mit großen Kugeln in Kombination mit hoher kinetischer Energie Oberflächenschichten so stark umgeformt, dass es zu der Bildung nanostrukturierter bzw. ultrafeinkörniger Gefüge bis in Tiefen von ca. $50\text{ }\mu\text{m}$ kommt [Dai, 2007]. Die durch SMAT erzeugte Oberfläche lässt sich in vier Bereiche unterteilen. Nach 60 minütiger SMAT Behandlung an reinem Eisen liegt bis in eine Tiefe von ca. $15\text{ }\mu\text{m}$ ein nanostrukturiertes Gefüge vor. Es schließt sich ein ultrafeinkörniges Gefüge an, welches ab ca. $40\text{ }\mu\text{m}$ Tiefe in ein Gefüge mit Subkorngrößen im niedrigen Mikrometerbereich übergeht. In einer Tiefe zwischen 60 und $110\text{ }\mu\text{m}$ liegt ein klassisch kaltverfestigtes Gefüge vor [Tao, 2002].

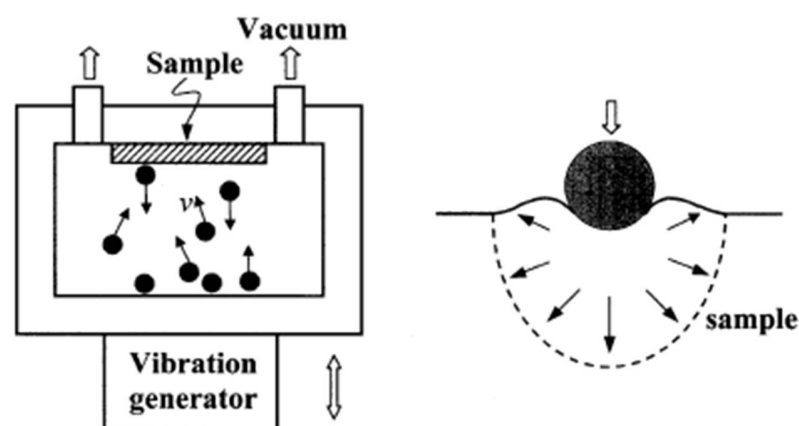


Abb. 5: Schematische Darstellung des SMAT-Prozesses (links) und der lokalen plastischen Verformung der Oberfläche durch auftreffende Kugeln (rechts) [Tao, 2002]

Mithilfe der SMAT-Technik können auch an geometrisch komplizierten Bauteilen nanostrukturierte Oberflächen eingestellt werden [Lu, 2009]. Die Untersuchungen vieler Autoren ergaben deutlich verbesserte mechanische Eigenschaften der mit SMAT-Verfahren behandelten Proben [Liu, 2001; Roland, 2006; Dai, 2008]. So konnten beispielsweise Lu et al. [Lu, 2004] eine höhere Härte und Festigkeit sowie eine verbesserte Verschleißbeständigkeit an mit SMAT behandelten Fe-Proben feststellen. Tong et al. [Tong, 2003] konnten zeigen, dass durch die mit SMAT eingestellten Oberflächen eine erhöhte Diffusionsrate sowie eine Beschleunigung der Prozesskinetik beim Plasmanitrieren erreicht wird. Mithilfe von SMAT hergestellte Proben zeigen verbesserte Ermüdungseigenschaften. Es ist bislang jedoch noch nicht geklärt, welche Rolle die Druckeigenspannungen und der nanokristalline bzw. der kaltverfestigte Gefügebereich in Bezug auf die verbesserten Ermüdungseigenschaften spielen. Erste Untersuchungen ergaben, dass der Einfluss des kaltverfestigten Gefügebereichs einen größeren Einfluss auf die Ermüdungsfestigkeit ausübt als die Druckeigenspannungen [Lu, 2009].

2.2.5. Eigenschaften von UFG Werkstoffen

Durch die Verfahren der Severe Plastic Deformation werden hohe Dehnungen in den Werkstoff eingebracht, welche eine Kornfeinung und damit einhergehend eine Änderung der Werkstoffeigenschaften mit sich bringen. Die mechanischen Eigenschaften unter statischer wie zyklischer Belastung werden durch das Auftreten von UFG Gefügen deutlich verbessert, was für die Rolle von UFG Materialien als Konstruktionswerkstoff insbesondere im Bereich des Leichtbaus eine große Bedeutung hat. Die gesteigerte Festigkeit bringt eine verbesserte Verschleißbeständigkeit der ultrafeinkörnigen Werkstoffe mit sich [Stolyarov, 2004; Huang, 2011]. Eine weitere Besonderheit ultrafeinkörniger Gefüge ist ihr superplastisches Verformungsverhalten bei im Vergleich zu grobkörnigem Material höheren Dehnraten oder tieferen Temperaturen [Valiev, 1997b; Figueiredo, 2008]. Hinsichtlich der Korrosionseigenschaften liegen bislang keine klaren Tendenzen vor. Für UFG Material wurde im Vergleich zu grobkörnigem Ausgangsmaterial von [Wang, 2006; Wang, 2005a] verbesserte Korrosionseigenschaften festgestellt, [Hadzima, 2007; Vinogradov, 1999] konnten keine Änderung der Korrosionseigenschaften feststellen.

In den folgenden Abschnitten werden die mechanischen Eigenschaften sowie die thermische Stabilität ultrafeinkörniger Gefüge näher betrachtet.

Eigenschaften unter statischer Belastung

Die Festigkeit ultrafeinkörniger Gefüge liegt durch die geringen Gefügeabmessungen deutlich oberhalb der Festigkeit eines grobkörnigen Werkstoffes. Der Zusammenhang zwischen der Korngröße und der Festigkeit eines Materials wird üblicherweise durch die Hall-Petch-Beziehung (Formel 1) beschrieben [Hall, 1951; Petch, 1953]. Gemäß der Hall-Petch-Beziehung ergibt sich die Streckgrenze R_e aus der Hall-Petch-Konstanten k , der Korngröße d und der Spannung σ_0 , die für eine Versetzungsbewegung ohne Behinderung durch Korngrenzen nötig ist.

$$R_e = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}}$$

Formel 1

Im Unterschied zu anderen festigkeitssteigernden Maßnahmen wie Verformungsverfestigung, Dispersionshärtung etc. geht bei der Feinkornhärtung die Erhöhung der Festigkeit nicht mit einer Abnahme der Duktilität einher [Rösler, 2006]. UFG Gefüge mit ihren feinen Gefügeabmessungen weisen ebenfalls diesen Effekt auf. Dies ist an dem in Abb. 6 gezeigten Diagramm verdeutlicht. Während eine Kaltverfestigung zwar zu einer Festigkeitszunahme führt, zieht sie gleichzeitig eine Verringerung der Bruchdehnung mit sich (grau hinterlegter Bereich). Im Gegensatz hierzu zeigen durch SPD-Prozesse umgeformtes, nanokristallines Kupfer und Titan sowohl hohe Festigkeiten, als auch eine hohe Bruchdehnung. Nach Valiev et al. [Valiev, 2002] könnte dieses Werkstoffverhalten durch zusätzliche Verformungsmöglichkeiten wie Korngrenzgleiten und Kornrotation begründet sein.

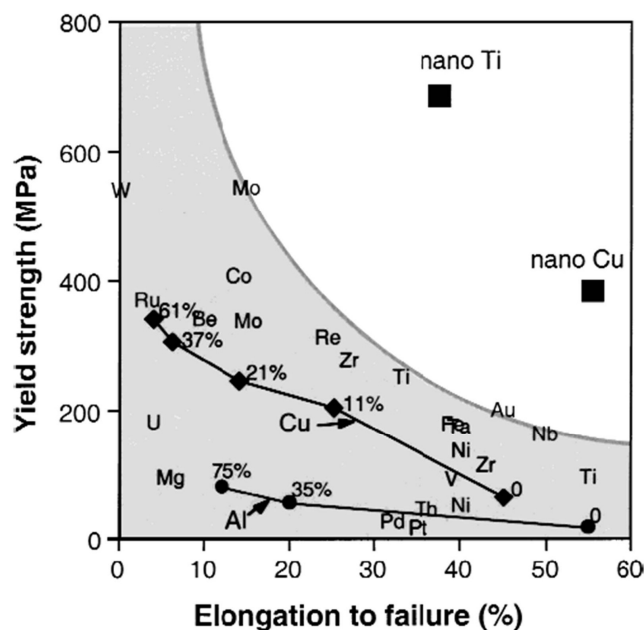


Abb. 6: Streckgrenze und Bruchdehnung kaltverfestigter sowie nanokristalliner Werkstoffe [Valiev, 2002]

Die nachträgliche Umformbarkeit eines UFG Werkstoffes wird durch seine Gleichmaßdehnung bestimmt, d.h. durch die Dehnung bis zu der sich das Material ohne Auftreten von plastischer Instabilität bzw. lokalisierter Verformung umformen lässt. Ultrafeinkörnige Metalle weisen ein geringes Verfestigungsvermögen und nur geringe Gleichmaßdehnungen auf; kurz nach Erreichen der Streckgrenze kommt es bereits zu einer lokalisierten Verformung [Jia, 2001; Valiev, 1997a; Tsuji, 2002]. Dies ist exemplarisch an den in Abb. 7 gezeigten Spannungs-Dehnungs-Kurven zu erkennen. Im Bereich der Einschnürung versagen UFG Werkstoffe nicht spröde, sondern verformen sich duktil bis zum Bruch. Dadurch werden in UFG Materialien relativ hohe Bruchdehnungen erreicht.

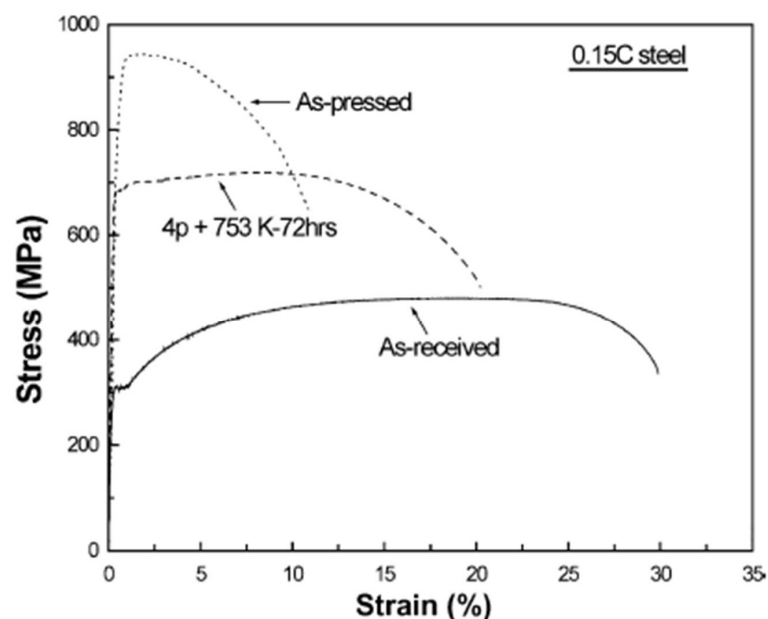


Abb. 7: Spannungs-Dehnungs-Kurve eines kohlenstoffarmen Stahls im Ausgangszustand (As-received), nach ECAP (As-pressed) und nach ECAP mit angeschlossener Wärmebehandlung [Kim, 2003]

Durch SPD-Verfahren hergestellte UFG Werkstoffe weisen meist kleine Probenabmessungen auf. Die aus diesen Proben hergestellten Zugproben entsprechen nicht der Norm, im Vergleich zu ihrer geringen Länge wurden in vielen Untersuchungen die Probenbreite bzw. Probendicke der Zugproben nicht angepasst. Die in einigen Publikationen diskutierten hohen Bruchdehnungen der UFG Werkstoffe gehen teilweise auf eine nicht normgerechte Bestimmung zurück; die eigentlichen Bruchdehnungen müssten bei niedrigeren Werten liegen [Bruder, 2011]. Systematische Fehler in Verfahren der Dehnungsmessung verstärken diesen Effekt [Zhao, 2009].

Die hohe Festigkeit ultrafeinkörniger Werkstoffe ist nach Untersuchungen von Gertsman et al. an UFG Cu nicht allein auf die geringe Korngröße zurückzuführen. Nach einem Erholungsglühen der UFG Proben sank die Streckgrenze deutlich ab, obwohl die Korngröße unverändert blieb. Die hohe Versetzungsdichte spielt für die Festigkeit somit eine signifikante Rolle [Gertsman, 1996].

Eigenschaften unter zyklischer Belastung

Eine zyklische Belastung, d.h. eine Ermüdungsbelastung, führt in der Regel schon bei wesentlich geringeren Belastungen zu einem Bauteilversagen als eine statische Belastung. Demzufolge sind die Ermüdungseigenschaften für den technischen Einsatz eines Bauteils von äußerster Relevanz.

Für die technologische Anwendung stellt das Wöhlerdiagramm die wichtigste Darstellungsart zur Lebensdauerabschätzung schwingend beanspruchter Bauteile dar. Zur Erstellung eines Wöhlerdiagramms werden mehrere Proben eines Materials bei konstanten Spannungsamplituden ermüdet. Die Werte der Spannungsamplituden werden gegen die zugehörigen Bruchzyklenzahlen halblogarithmisch aufgetragen. Bei sehr hohen Spannungsamplituden liegt der Bereich der Kurzzeitfestigkeit, welcher nach oben hin durch die Zugfestigkeit des Materials begrenzt wird. Unterhalb der Kurzzeitfestigkeit, im Bereich der Zeitfestigkeit, hängt die ertragbare Schwingspielzahl stark von der Beanspruchungshöhe ab. Im Dauerfestigkeitsbereich wird zwischen zwei verschiedenen Kurventypen unterschieden. Geht die Wöhlerkurve nach etwa 10^7 Lastwechseln in eine Parallele zur Abszisse über, können Spannungsamplituden unterhalb σ_D beliebig oft ertragen werden (Wöhler-Kurventyp I). Zu Wöhler-Kurventyp I gehören beispielsweise unlegierte Stähle und Titanlegierungen mit kubisch raumzentriertem Gitter. Kubisch flächenzentrierte Metalle, wie z.B. Aluminium oder Kupfer sowie Werkstoffe in korrosiver Umgebung oder bei erhöhten Temperaturen weisen keine ausgeprägte Dauerfestigkeit auf, die Wöhlerkurve fällt stetig ab (Wöhler-Kurventyp II). Wie für die Spannungsamplitude, so existiert auch für die Bruchzyklenzahl N_f eine Einteilung in drei Bereiche. Bei Zyklenzahlen $< 5 \cdot 10^4$ spricht man von dem Bereich des „low cycle fatigue“ (LCF); der Bereich des High Cycle Fatigue (HCF) schließt sich bis zu 10^7 Lastwechseln an. Erträgt eine Probe 10^7 Lastwechsel ohne zu versagen, so wird sie als dauerfest bezeichnet. Auch bei Werkstoffen die dem Wöhler-Kurventyp II zuzuordnen sind und somit keine ausgeprägte Dauerfestigkeit zeigen, kann man eine Grenzlastertragzahl von 10^7 - 10^8 definieren, da der Kurvenverlauf oberhalb 10^7 Lastwechseln sehr flach verläuft [Läpple, 2008; Rösler, 2006].

In technisch relevanten Wöhlerdigrammen, d.h. in spannungsgeregelten Ermüdungsversuchen, zeigen UFG Werkstoffe im Vergleich zu dem grobkörnigen Ausgangszustand eine deutliche Verbesserung der Ermüdungslebensdauer (siehe Abb. 8). Dies gilt sowohl für den Bereich des Low Cycle Fatigue, als auch für den Bereich des High Cycle Fatigue [Höppel, 2009]. Durch die höheren Festigkeiten der UFG Materialien laufen bei gleicher Spannungsamplitude im Vergleich zu grobkörnigeren Werkstoffen weniger mikroplastische Verformungen ab, demzufolge werden für die gleichen Schädigungen im UFG Material deutlich höhere Zyklenzahlen benötigt als bei dem grobkörnigen, weniger festen Materialzustand [Suresh, 1998].

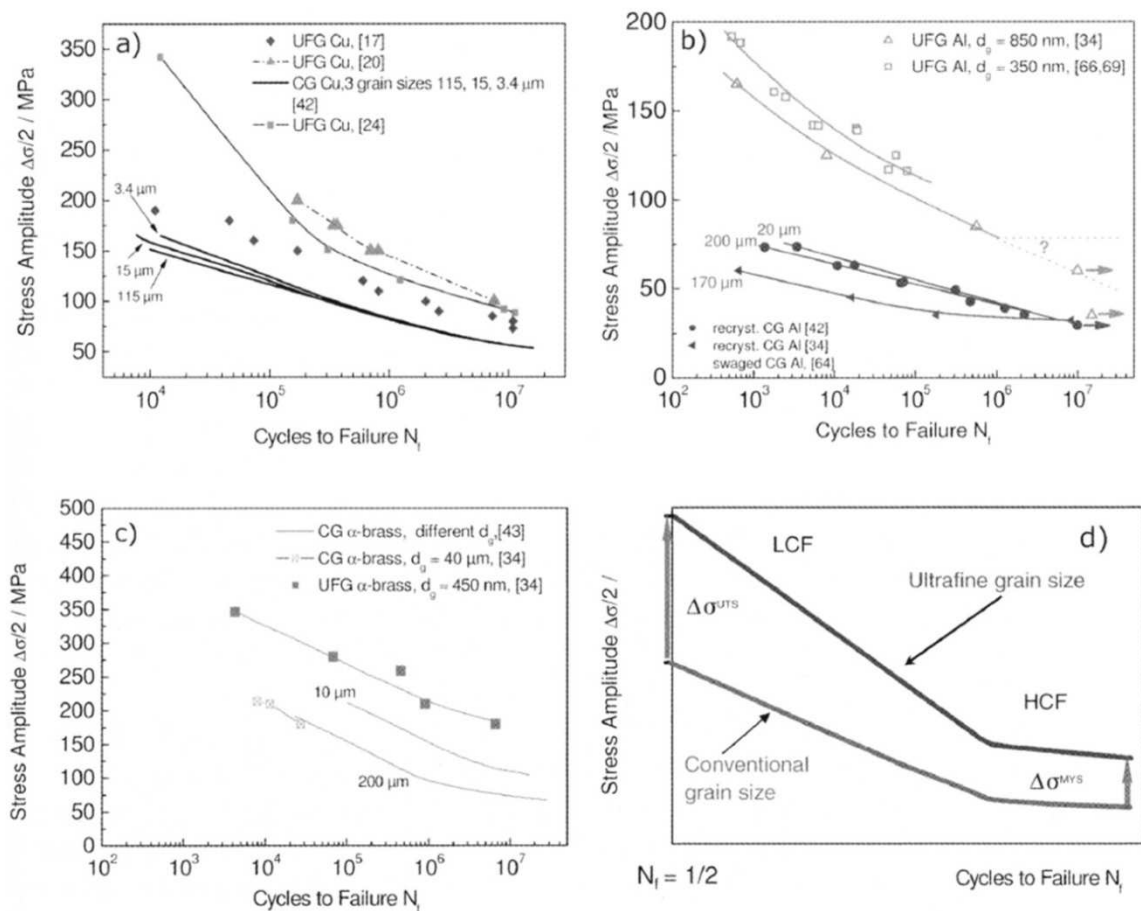


Abb. 8: Wöhlerlinien für Kupfer (a), Aluminium (b), α -Messing (c) und schematisch für UFG Gefüge im Vergleich zu grobkörnigem (CG) Gefüge (d) [Höppel, 2009]

Anstelle einer spannungsgeregelten Versuchsdurchführung können Wöhlerkurven auch mit geregelter Dehnung aufgenommen werden (Dehnungswöhlerkurve). Dies ist insbesondere für Untersuchungen des LCF-Bereiches interessant, da in diesem Bereich bereits geringfügige Spannungszunahmen zu einer hohen plastischen Deformation der Probe führen. Nach den Gesetzen von Coffin-Manson und Basquin setzt sich die gesamte Dehnungsamplitude $\Delta\epsilon/2$ aus einem elastischen Anteil $\Delta\epsilon_{el}/2$ und einem plastischen Anteil $\Delta\epsilon_{pl}/2$ zusammen (siehe Formel 2).

$$\frac{\Delta\epsilon}{2} = \frac{\Delta\epsilon_{el}}{2} + \frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = \frac{\sigma_f'}{E} \cdot (2 \cdot N_f)^b + \epsilon_f' \cdot (2 \cdot N_f)^c \quad \text{Formel 2}$$

Hierbei sind σ_f' der Ermüdungsfestigkeitskoeffizient (Basquin), E der E-Modul, N_f die Bruchlastspielzahl, ϵ_f' der Ermüdungsduktilitätskoeffizient (Coffin-Manson), b der Ermüdungsfestigkeitskoeffizient (Basquin) und c der Ermüdungsduktilitätsexponent (Coffin-Manson).

Bei einer dehnungsgeregelten Versuchsführung zeigen UFG Werkstoffe nur im HCF-Bereich verbesserte Ermüdungseigenschaften, im LCF-Bereich liegen die Lebensdauern des grobkörnigen Ausgangsmaterials (CG) bei höheren Werten als die des ultrafeinkörnigen Materials. Es kommt daher zu einer Überschneidung der Kurven von CG und UFG Material (siehe Abb. 9). Geringere Lebensdauern im LCF-Bereich und verbesserte Lebensdauern im HCF-Bereich wurden bei dehnungsgeregelter Versuchsführung für alle UFG Materialien, mit der Ausnahme von UFG-Titan, festgestellt [Höppel, 2009].

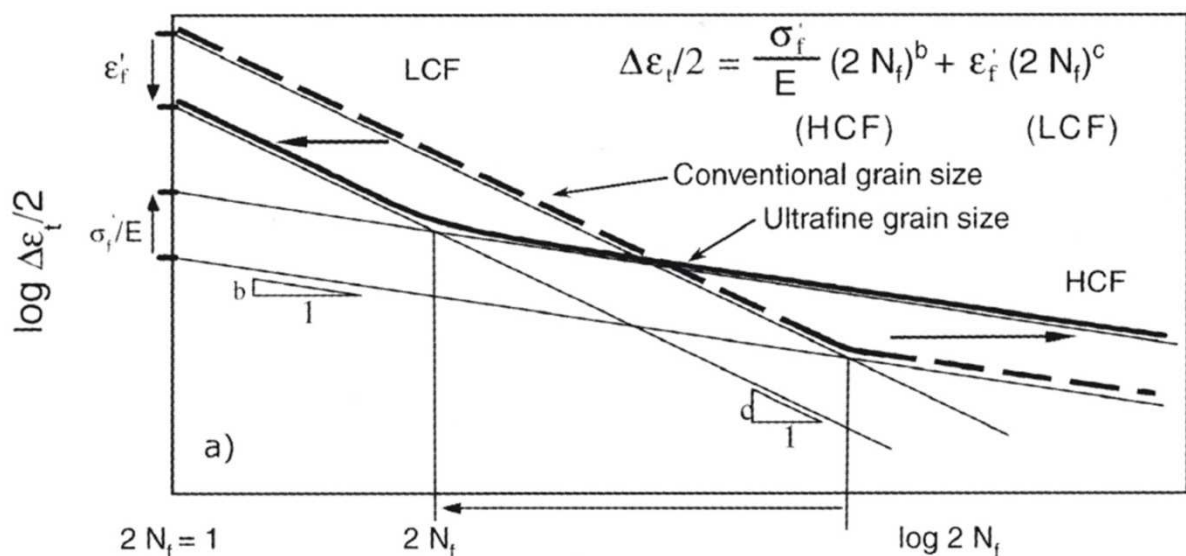


Abb. 9: Schematisches Dehnungs-Wöhlerdiagramm ($\log(\Delta\epsilon_{total}/2)$ über $\log(2 \cdot N_f)$) für UFG- und CG (coarse grained) -Werkstoffe [Mughrabi, 2001]

Die bei dehnungsgeregelter Versuchsführung im Vergleich zu CG Material geringeren Lebensdauern im LCF-Bereich bzw. die vergleichsweise höheren Lebensdauern der UFG Gefüge im HCF-Bereich lassen sich durch die Gesetze von Coffin-Manson und Basquin erklären. Im LCF-Bereich, d.h. im Bereich hoher Belastungen, ist der plastische Dehnungsanteil schädigungsrelevant. UFG Gefüge weisen durch ihre verringerte Duktilität eine Abnahme des Ermüdungsduktilitätskoeffizienten ϵ'_f auf. Dies führt im Vergleich zu dem grobkörnigen (CG) Zustand zu geringeren Lebensdauern im LCF-Bereich. Im HCF-Bereich ist der plastische Dehnungsanteil vernachlässigbar, der schädigungsrelevante Faktor ist die Spannungsamplitude. Aufgrund ihrer erhöhten Festigkeit weisen UFG Gefüge einen erhöhten Ermüdungsfestigkeitskoeffizienten σ'_f auf, wodurch sich ihre Lebensdauern im HCF-Bereich im Vergleich zu dem CG-Zustand verbessern [Mughrabi, 2001; Mughrabi, 2010; Vinogradov, 2003].

Einige Untersuchungen zeigen, dass ein dem SPD-Prozess angeschlossenes Erholungs-glühen zu einer Verbesserung der Ermüdungseigenschaften von UFG Gefügen im LCF-Bereich führt [Mughrabi, 2004; Höppel, 2009; Niendorf, 2008]. Im Fall von ultrafeinkörnigem Kupfer wirkt sich eine bimodale Korngrößenverteilung sehr positiv auf die Lebensdauer im LCF-Bereich aus [Mughrabi, 2010]. An einem IF-Stahl wurde hingegen eine Verschlechterung der Ermüdungseigenschaften durch das Einstellen einer bimodalen Korngrößenverteilung beobachtet [Niendorf, 2008].

Zyklische Belastungen führen in UFG Gefügen zu lokalisierter plastischer Deformation in makroskopischen Scherbändern. Die Bildung von Scherbändern führt zu Rissinitiierung und frühzeitigem Bauteilversagen [Xu, 2008]. Die Entstehung der Scherbänder ist in der Literatur umstritten. Die Scherbänder könnten bereits durch SPD-Verfahren entstehen oder erst durch die Ermüdungsbelastung. Nach Mughrabi und Höppel [Mughrabi, 2001] lassen sich beide Ansätze in einem Modell vereinigen. Hiernach bilden sich Scherbänder ausgehend von lokal vorliegenden, größeren Körnern bzw. leicht verformbaren Bereichen. Die in diesen Bereichen lokalisierte plastische Verformung führt zu einer Verformung bzw. Kornvergrößerung angrenzender Bereiche des Gefüges in Scherrichtung und somit zu der Ausbildung eines Scherbandes (Abb. 10a). Alternativ kann durch einen Wechsel der Dehnungsrichtung eine kritische Scherinstabilität erreicht werden. Dies tritt beispielsweise beim Übergang von einfacher Scherung während des ECAP-Prozesses zu einer axialen Zug-Druck-Wechselbelastung bei einer Ermüdungsbelastung auf. In Abhängigkeit der Korngrenzmobilität kann eine dehnungsinduzierte Kornvergrößerung im Bereich des Scherbandes auftreten (Abb. 10b) [Höppel, 2009].

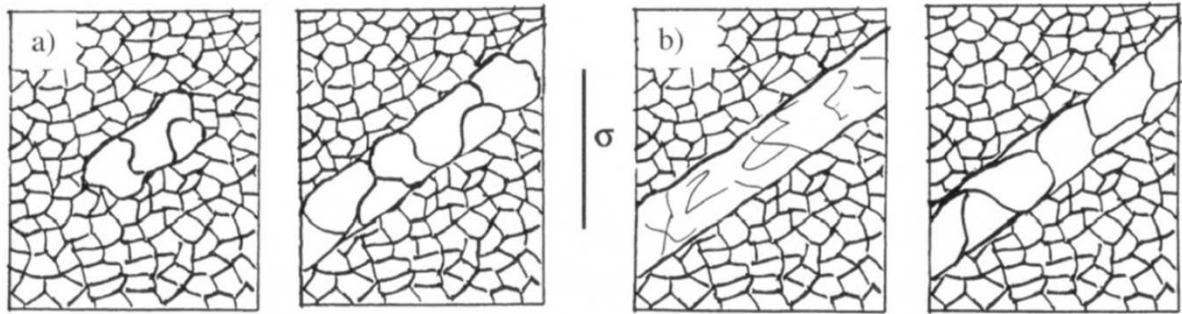


Abb. 10: Modelle zur Bildung von Scherbändern in UFG Gefügen; durch lokale Kornvergrößerung, welche sich in Scherrichtung ausbreitet (a) bzw. durch einen Wechsel des Verformungsmodus und anschließender Vergrößerung (b) [Mughrabi, 2001]

Zyklische Entfestigung tritt in kaltverfestigten CG-Materialien häufig auf [Christ, 1991] und wird auch bei UFG Materialien beobachtet. In UFG Materialien tritt zyklische Entfestigung vor allem bei reinen, einphasigen Metallen auf. Verunreinigungen stabilisieren die Versetzungsstruktur, senken die Mobilität der Korngrenzen und beeinflussen damit die Ermüdungsbeständigkeit [Kunz, 2006; Xu, 2008; Höppel, 2009]. Gelängte Körner in UFG Gefügen können die Bildung makroskopischer Scherbänder beschleunigen und sind daher anfälliger für eine zyklische Entfestigung. Aus diesem Grund weisen UFG Gefüge mit gleichachsigen Körnern meist eine höhere Lebensdauer auf [Mughrabi, 2004].

Untersuchungen zu der Kerbempfindlichkeit ultrafeinkörniger Werkstoffe bei zyklischer Belastung zeigen im Fall von UFG-Ti eine höhere Kerbempfindlichkeit des ultrafeinkörnigen Zustands im Vergleich zu dem Material im grobkörnigen Zustand [Semenova, 2009a; Semenova, 2009b]. Die Kerbempfindlichkeit von UFG-Cu ist ebenfalls stets höher als die des grobkörnigen Kupfermaterials, unabhängig vom Radius der eingebrachten Kerbe [Lukáš, 2005].

Bedingt durch die kleinen Probenabmessungen der durch SPD hergestellten, ultrafeinkörnigen Werkstoffe wurde das Ermüdungsrisssausbreitungsverhalten in UFG Gefügen bislang nur wenig erforscht. Die bisherigen Untersuchungen ergeben, dass der Schwellenwert für die Ermüdungsrisssausbreitung ΔK_{th} in UFG Gefügen im Vergleich zu CG-Material niedriger liegt und Risssausbreitung in UFG Materialien somit beschleunigt stattfindet. Nach Untersuchungen von Pao et al. wird die Rauigkeit der Rissfläche mit abnehmender Korngröße deutlich verringert. Ein Grund für die beschleunigte Risssausbreitung in UFG Gefügen könnte demnach ein relativ ebener Risspfad sein, der rauigkeitsinduzierte Rissschließeffekte vermindert [Kim, 2003; Pao, 2005].

Untersuchungen von Hohenwarter et al. [Hohenwarter, 2010] an pancake-förmigem ultrafeinkörnigem Eisen zeigten ein anisotropes Rissverhalten. Der Ermüdungsris wuch von seinem Belastungsmodus ab und breitete sich entlang der Korngrenzen der gelängten, pancake-förmigen Körner weiter aus. Dies führte zu einem interkristallinen Risswachstum.

Thermische Stabilität

Der verformte Zustand eines Materials ist grundsätzlich instabil, da sich das Material aufgrund der durch die Verformung erzeugten Versetzungsstruktur nicht im thermodynamischen Gleichgewicht befindet. Bei der Wärmebehandlung plastisch verformter Metalle wird zwischen zwei verschiedenen Prozessen unterschieden; der Erholung und der Rekristallisation. Die Triebkraft für Erholungs- und Rekristallisationsprozesse stellt die Verringerung der Gibbs'schen freien Energie ΔG dar, welche durch eine Abnahme der Versetzungs- und Grenzflächendichte im Material erreicht wird.

Rekristallisation umfasst alle Prozesse der Gefüge Neubildung durch die Entstehung und Bewegung von Großwinkelkorngrenzen unter Beseitigung der Verformungsstruktur. Erholung beinhaltet alle Vorgänge, bei denen eine Umordnung und Auslöschung von Versetzungen stattfindet. Erholungsvorgänge werden durch Klettern und Quergleitung gesteuert. Diese beiden Prozesse sind abhängig von der Stapelfehlerenergie und laufen bei Materialien mit hoher Stapelfehlerenergie begünstigt ab. Die Erholung erfolgt durch thermische Aktivierung sofort und benötigt im Gegensatz zur Rekristallisation keine Inkubationszeit. Sie ist bereits nach kurzen Glühzeiten stark bemerkbar und klingt mit der Zeit ab, während die Rekristallisation erst nach längeren Glühzeiten beginnt und dann rasch vollständig abläuft. Grundsätzlich wird bei Erholung und Rekristallisation unterschieden, ob die Prozesse während der Verformung (dynamische Erholung / Rekristallisation), oder während einer Wärmebehandlung nach vorangegangener Kaltverformung (statische Erholung / Rekristallisation) stattfinden [Gottstein, 2001].

Materialien mit UFG Gefügen besitzen eine hohe Defekt- und Korngrenzendichte und weisen daher eine geringere thermische Stabilität als grobkörnigere Materialien auf [Mughrabi, 2003; Lian, 1995]. In Abhängigkeit des verwendeten Werkstoffes dominieren bei der Wärmebehandlung verschiedene Effekte. Während bei UFG-Cu aufgrund der geringen Stapelfehlerenergie der Prozess der Rekristallisation dominiert [Molodova, 2007], zeigt ultrafeinkörniger ferritischer Stahl hingegen aufgrund seiner hohen Stapelfehlerenergie eine ausgeprägte Erholung [Park, 2000; Khodabakhshi, 2011].

Trotz der geringen thermischen Stabilität ultrafeinkörniger Werkstoffe zeigen einige Untersuchungen an ultrafeinkörnigem Stahl einen relativ hohen Widerstand gegenüber Erholung und Rekristallisation. Nach Koch et al. [Koch, 2008] gibt es zwei Möglichkeiten, um das Kornwachstum in nanokristallinen Materialien zu reduzieren und so eine höhere thermische Stabilität der nanokristallinen Materialien zu bewirken. Eine Möglichkeit zur thermischen Stabilisierung des Gefüges ist der thermodynamische Ansatz, bei dem die Triebkraft für Kornwachstum durch eine Reduzierung der Korngrenzenergie verringert wird. Die Triebkraft für Kornwachstum zeigt eine direkte Proportionalität zu der Korngrenzenergie, diese kann beispielsweise durch gelöste Fremdatome reduziert werden [Koch, 2008].

Die zweite Möglichkeit der Stabilisierung ist der kinetische Ansatz; hierbei wird die Mobilität der Korngrenzen durch Pinning verringert. Das Pinning der Korngrenzen kann beispielsweise über Porosität, Zweitphasen oder gelöste Fremdatome erfolgen und wird über den „Zener-Effekt“ erklärt. Dieser Effekt besagt, dass das Kornwachstum einer Probe, welche beispielsweise inkohärente Zweitphasen enthält, gehemmt ist. Die maximal erreichbare Korngröße ist abhängig von der Menge sowie von der Teilchengröße der Zweitphase und ist kleiner als in einem vergleichbaren einphasigen Werkstoff. Die Teilchen der Zweitphase bewirken eine rücktreibende Kraft (Zener-Kraft), welche die Korngrenze zusätzlich überwinden muss. Kornwachstum kann nur so lange erfolgen, wie die treibende Kraft größer ist als die Zener-Kraft. Je weiter das Kornwachstum voran schreitet, desto geringer wird die Krümmung der Korngrenze und damit auch die treibende Kraft. Die maximal erreichbare Korngröße d_{\max} lässt sich über den Durchmesser der Teilchen d_p , dem Volumenbruchteil der Zweitphase f sowie der Proportionalitätskonstanten α zwischen Krümmungsradius der Korngrenze und Korndurchmesser bestimmen (Formel 3) [Gottstein, 2001; Manohar, 1998].

$$d_{\max} = \frac{2}{3} \cdot \frac{d_p}{\alpha \cdot f} \quad \text{Formel 3}$$

Wird eine Probe, welche Ausscheidungen enthält, bei Temperaturen geglüht bei denen keine Auflösung der Ausscheidungen stattfindet, ist die sich einstellende Korngröße kleiner als in einem entsprechenden einphasigen Werkstoff. Da sich Ausscheidungen bei erhöhten Temperaturen vergrößern können, kommt es mit steigender Glühtemperatur zu einem Anstieg der sich einstellenden Korngröße d_{\max} [Gottstein, 2001]. Müller et al. stellten diesen Effekt bei Untersuchungen zu dem Einfluss von Silizidausscheidungen auf das Kornwachstum der Titanlegierung TIMETAL 1100 fest. Die Untersuchungen zeigten eine Abhängigkeit der sich einstellenden Korngröße von den Silizidausscheidungen. Sowohl die Größe als auch der Volumenanteil der Silizide ist abhängig von der Glühzeit, es besteht also auch eine Zeitabhängigkeit des Kornwachstums. Diese Zeitabhängigkeit ist in der Zener-Beziehung nicht berücksichtigt, da d_{\max} in der Zener-Beziehung für einen stationären Zustand beschrieben wird [Müller, 1998].

Die Stabilisation eines ultrafeinkörnigen Gefüges nach dem Prinzip des Zenereffekts wird beispielsweise durch die Auflösung von Perlit während der Umformung durch Prozesse der Severe Plastic Deformation beobachtet. Dem Kohlenstoff fällt es mit zunehmender Verformung immer leichter, sich aus dem perlitischen Zementit zu lösen. Der gelöste Kohlenstoff diffundiert von den Perlitkolonien weg. Die Reichweite des Kohlenstoffs ist hierbei abhängig von der Versetzungsdichte. Je höher der Grad der Verformung, desto mehr Versetzungen liegen vor und desto weiter kann der Kohlenstoff sich von den ehemaligen Perlitkolonien entfernen. Bei einer anschließenden Wärmebehandlung scheidet sich der Kohlenstoff in Form von Zementit wieder aus und führt zu einer Stabilisierung des Gefüges [Park, 2002; Ivanisenko, 2003].

Untersuchungen von Valiev et al [Valiev, 2003] an erholungsgeglühtem ultrafeinkörnigem Titan ergaben eine Stabilisation der diffusen, durch Versetzungsakkumulation entstandenen Korngrenzen. Dadurch kam es zu einer Erhöhung von Festigkeit und Duktilität des wärmebehandelten UFG Titan im Vergleich zu dem Zustand bei Raumtemperatur.

2.3. Spaltprofilieren und Spaltbiegen

2.3.1. Verzweigte Strukturen

Verzweigte Strukturen sind insbesondere im Bereich des Leichtbaus gefragt, da durch die Verzweigungen eine Zunahme der Steifigkeit bei gleichzeitig geringem Bauteilgewicht erreicht werden kann. Die Erhöhung der Steifigkeit einer Konstruktion durch den Einsatz verzweigter Blechstrukturen ist in Abb. 11 am Beispiel der kritischen Beulspannung gezeigt. Durch die Verzweigungen nimmt das Verhältnis der kritischen Beulspannung zur Bauteilmasse deutlich zu. Bei einer Platte mit zwei Stegen steigt die kritische Beulspannung im Vergleich zu einer unverzweigten Platte um den Faktor 16, sind die Stege geflanscht um den Faktor 20. Eine weitere Steigerung ist durch den Einsatz variabler Blechdicken über die Blechbreite möglich (Faktor 21) [Groche, 2007a].

Die Herstellung von Verzweigung kann durch Differential- oder Integralbauweise stattfinden. Die Differentialbauweise erfolgt durch Fügeverfahren wie Nieten, Schweißen oder Kleben. Die Fügstellen können durch Gefügeveränderungen (im Falle des Schweißens) oder Kerbwirkung die mechanischen Eigenschaften des Bauteils herabsetzen. Desweiteren kommt es hierbei zu Materialdopplungen und somit zu einer Gewichtszunahme. Die Integralbauweise strebt eine Minimierung der strukturbildenden Einzelteile und somit eine Minimierung des Bauteilgewichtes an. Erreicht wird dies durch die Fertigung eines Bauteils aus einem Stück. Dies kann durch Urformen, Massivumformung oder Zerspanen geschehen, ist jedoch gleichzeitig mit einem hohen Materialverbrauch sowie hohem Nachbearbeitungsaufwand verbunden.

Das Strangpressen bildet diesbezüglich eine Ausnahme, es eignet sich jedoch hauptsächlich für leicht verformbare Werkstoffe wie Aluminium. Für Eisenwerkstoffe sind die erforderlichen Prozesskräfte bzw. Prozesstemperaturen zu groß, um eine wirtschaftliche Produktion gewährleisten zu können. Es besteht daher ein Bedarf an Fertigungsverfahren, mithilfe derer die kontinuierliche Produktion integral verzweigter Stahlbauteile möglich ist [Vucic, 2010].

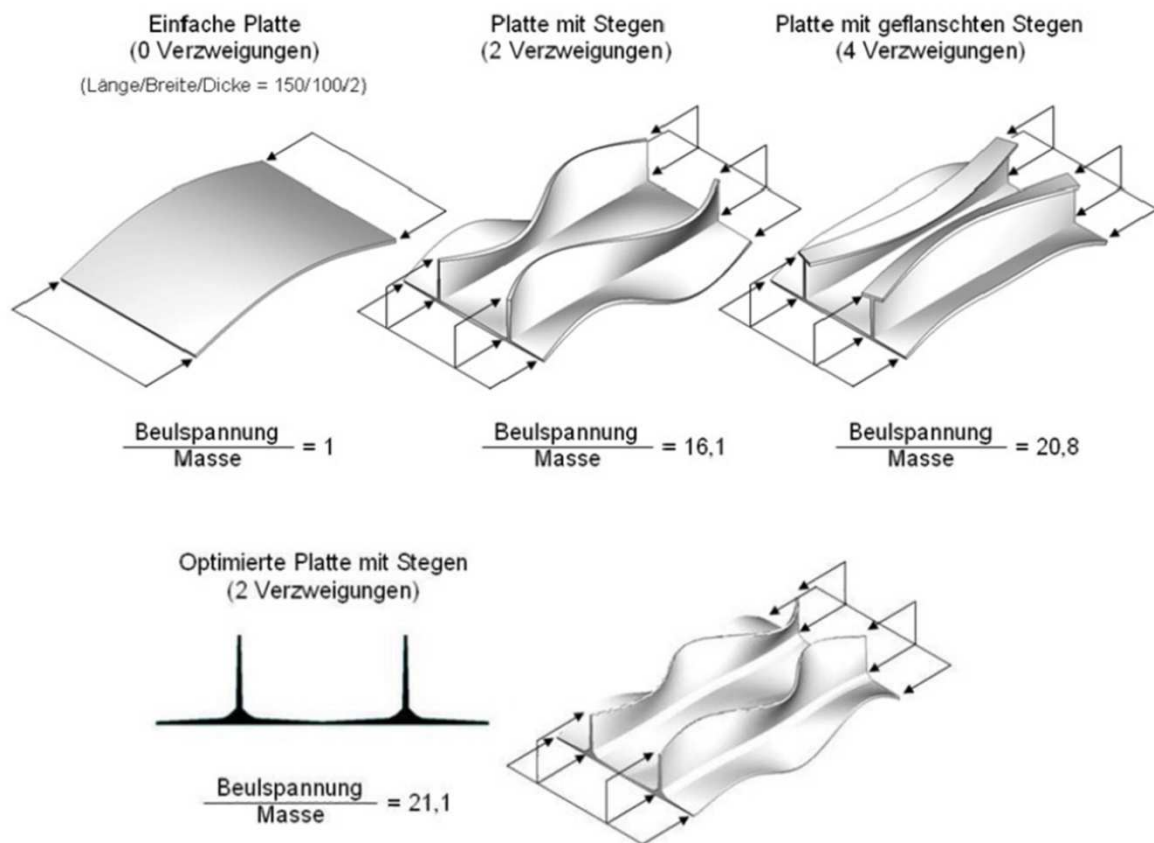


Abb. 11: Beulen von Integralplattenprofilen mit relativen Zahlenangaben [Groche, 2007a]

2.3.2. Spaltprofilieren

Spaltprofilieren ist ein Massivumformverfahren zur Herstellung integral verzweigter Blechstrukturen. Als Halbzeug wird ein ebenes Blech verwendet, welches bei Raumtemperatur mithilfe eines Walzensystems, bestehend aus zwei Hilfswalzen und zwei stumpfwinkligen Spaltwalzen, in ein verzweigtes Profil umgeformt wird (Abb. 12b). Das ebene Blech wird durch die angetriebenen Hilfswalzen stabilisiert und durch das Walzensystem transportiert. Die Spaltwalzen greifen in die Bandkanten des Bleches ein, wodurch das Material entlang der Flanken der Spaltwalzen zu fließen beginnt. Hierdurch kommt es zu einer Vergrößerung der Bandkante des Bleches, es bilden sich ausgehend von dem unverformten Stegmaterial zwei Flansche aus (Abb. 12c). Die mit der Spaltwalze in Kontakt stehende Fläche wird als Flanschoberseite bezeichnet, entsprechend ist die Flanschunterseite in Kontakt mit den Hilfswalzen [Groche, 2007b; Groche, 2007c].

Das spaltprofilierte Profil durchläuft hintereinander mehrere Umformschritte. Mit jedem Umformschritt werden die Spaltwalzen um eine inkrementelle Spalttiefe y_{ink} auf die Bandkanten des Bleches zugestellt (Abb. 12a). Gleichzeitig werden die Hilfswalzen schmäler, sodass der Spalt zwischen Hilfswalze und Spaltwalze stets unverändert bleibt, d.h. dass die Flansche eine konstante Dicke aufweisen. Durch die Anordnung von Walzensystem und Werkstück entstehen hohe hydrostatische Druckspannungen, die FE-Simulationen zufolge 1,5 bis 2 GPa betragen [Müller, 2007] und zu einer Erhöhung des Umformvermögens des Bleches führen. Schon nach wenigen Stichen wird ein Umformgrad erreicht, der gemeinsam mit den hydrostatischen Druckspannungen zu der Bildung von ultrafeinkörnigen (UFG) Gefügen führt [Bohn, 2008a; Müller, 2008]. Durch die Bildung von UFG Gefügen bleiben das Gefüge sowie die mechanischen Eigenschaften mit zunehmender Spalttiefe konstant, es stellt sich ein stationärer Zustand ein. Für den Prozess des Spaltprofilierens bedeutet dies, dass sofern es zu der Ausbildung von UFG Gefügen kommt, die Spalttiefe nicht mehr durch die Kaltverfestigung des Werkstoffes begrenzt ist. Die Herstellung beliebig langer Flansche müsste demnach ohne Rissbildung realisierbar sein [Müller, 2007; Bruder, 2010; Bruder, 2009].

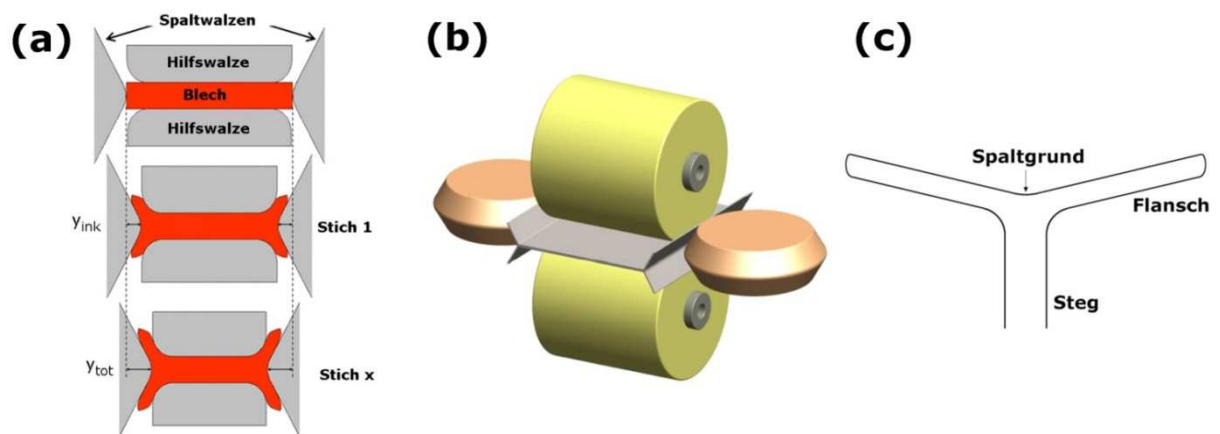


Abb. 12: Prinzip des Spaltprofilierens (a), Walzensystem beim Spaltprofilieren (b), Spaltprofil (c)

Die sich bildenden Gefüge beim Spaltprofilieren sind stark abhängig von dem Weg, den der Werkstoff in der Prozesszone durchläuft (Abb. 13) und daher mit Gradienten behaftet. Parallel zur gespaltenen Oberfläche liegt kein Gradient im Gefüge vor. Ausgenommen hiervon sind die Flanschspitzen, welche sich vor Erreichen des stationären Zustands bilden. Sobald der stationäre Zustand erreicht ist, ändern sich die Fließwege des Werkstoffes mit zunehmender Verformung nicht mehr, die Gefügeabmessungen parallel zur gespaltenen Oberfläche bleiben somit konstant.

Senkrecht zur gespaltenen Oberfläche hingegen liegt ein Gradient im Gefüge vor. Während im Bereich der Flanschoberseiten ultrafeinkörnige Gefüge auftreten, nehmen die Gefügeabmessungen mit größer werdendem Abstand zur Flanschoberseite immer weiter zu (siehe Kapitel 3.3.4) [Bohn, 2010].

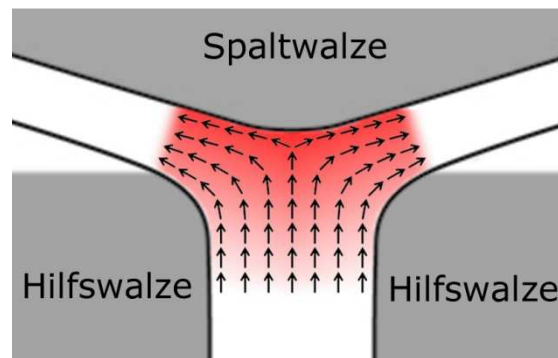


Abb. 13: Prozesszone beim Spaltprofilieren [Bruder, 2010]

2.3.3. Spaltbiegen

Spaltbiegen ist, wie auch das Spaltprofilieren, ein Verfahren der Massivumformung zur Herstellung integral verzweigter Profile. Im Unterschied zum Spaltprofilieren wird hier jedoch als Halbzeug, anstelle eines ebenen Bleches, ein vorgebogenes Blech verwendet. Analog zum Spaltprofilieren stabilisieren zwei Hilfswalzen das vorgebogene Blech und transportieren es durch das Walzensystem (Abb. 14). Die Spaltwalze greift in die Biegekante des Bleches ein und wird von Stich zu Stich näher auf die Biegekante zugestellt, bis die gewünschte Gesamtspalattiefe erreicht ist.

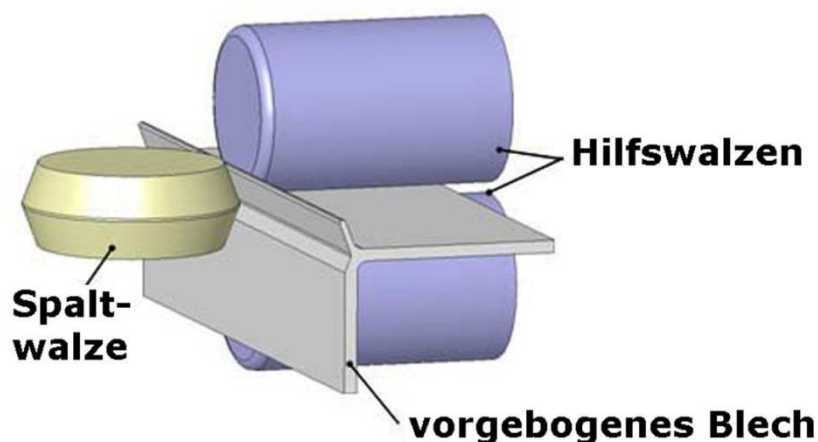


Abb. 14: Walzensystem beim Spaltbiegen [Ringler, 2008]

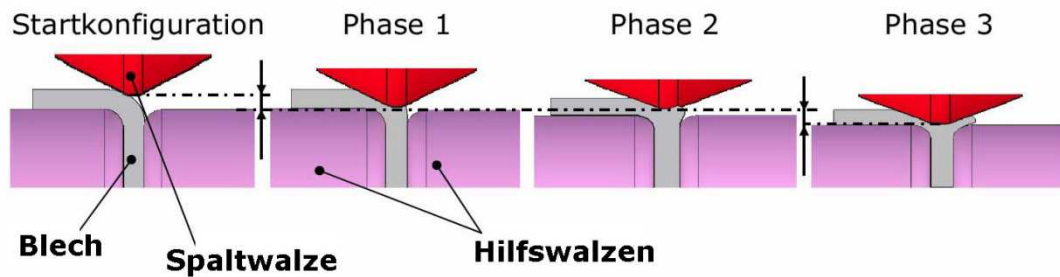


Abb. 15: Prozess des Spaltbiegens [Ringler, 2008]

Die Entstehung von Spaltbiegeprofilen erfolgt in drei Phasen (Abb. 15). In der ersten Phase erfolgt das Ausdünnen des gebogenen Bleches im Bereich des Biegeradius auf die Hälfte der Ausgangsblechdicke. Mit weiterer Zustellung der Spaltwalze auf die Biegekannte des Bleches beginnt sich der Radienbereich zwischen Spalt- und Hilfswalze mit Material zu füllen, bis es in der dritten Phase zur Entstehung eines Flansches kommt. Analog zum Spaltbiegen wird die Breite der Hilfswalzen nach jedem Umformschritt um den Betrag der Spaltwalzenzustellung reduziert, um eine konstante Flanschdicke zu gewährleisten. In der Prozesszone wirken, analog zum Spaltprofilieren, hohe hydrostatische Druckspannungen, wodurch das Formänderungsvermögen des Werkstückes erhöht wird und selbst bei hohen Umformgraden keine Rissbildung auftritt [Ringler, 2008].

Während sich der Prozess des Spaltprofilierens auf die Herstellung von Verzweigungen an den Bandkanten eines Bleches beschränkt, kann durch Spaltbiegen an beliebigen Stellen des Bleches ein Flansch erzeugt werden. Spaltbiegen ermöglicht somit die Herstellung von Stringerprofilen (Abb. 16). Einzige Einschränkung beim Spaltbiegen ist eine ausreichende Blechdicke sowie der für die Werkzeuge benötigte Raum. Durch die Kombination von Spaltprofilieren und Spaltbiegen können an einem Blech nahezu beliebig viele Flansche aufgestellt werden. Potentielle Anwendungsfelder für das Spaltbiegen und das Spaltprofilieren sind die Herstellung von offenen oder geschlossenen Trägerprofilen oder auch Rohrsystemen [Ringler, 2007].

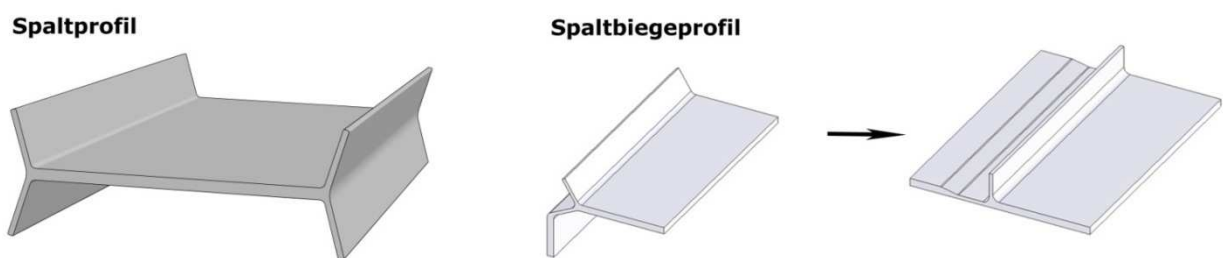


Abb. 16: Spaltprofil und Spaltbiegeprofil

2.3.4. Gefüge in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen

Im Gegensatz zu klassischen Prozessen der Severe Plastic Deformation sind das Spaltprofilieren und das Spaltbiegen mit einer Geometrieänderung verbunden. Es treten, analog zu den SPD-Prozessen, sehr hohe Umformgrade auf, welche in Kombination mit den in der Prozesszone wirkenden hydrostatischen Druckspannungen zu der Bildung von pancake-förmigen, ultrafeinkörnigen Gefügen führen. Die UFG Gefüge liegen an den gespaltenen Oberflächen vor und treten bis in eine Tiefe von ca. $300\text{ }\mu\text{m}$ in Spaltprofilen [Bohn, 2008b] bzw. bis in $500\text{ }\mu\text{m}$ Tiefe in Spaltbiegeprofilen [Kaune, 2012] auf (siehe Abb. 17, rot markierter Bereich). Mit zunehmendem Abstand zur gespaltenen Oberfläche geht das pancake-förmige UFG Gefüge in ein klassisch kaltverfestigtes Gefüge über, die Körner werden gröber und gleichachsiger. Untersuchungen von Bohn et al. [Bohn, 2008a] an spaltprofiliertem Material aus ZStE 500 ergaben in $50\text{ }\mu\text{m}$ Abstand zur Flanschoberseite minimale Kornabmessungen von ca. 100 nm , welche in $700\text{ }\mu\text{m}$ Tiefe auf 500 nm zunahmen. Mit größer werdendem Abstand zur ultrafeinkörnigen Flanschoberseite bzw. mit zunehmender Korngröße wurde eine Abnahme des Anteils an Großwinkelkorngrenzen beobachtet (siehe Abb. 17, rechts unten). Der Anteil an Großwinkelkorngrenzen nahm von ca. 82 % an der Flanschoberseite bis auf ca. 31 % an der Flanschunterseite kontinuierlich ab.

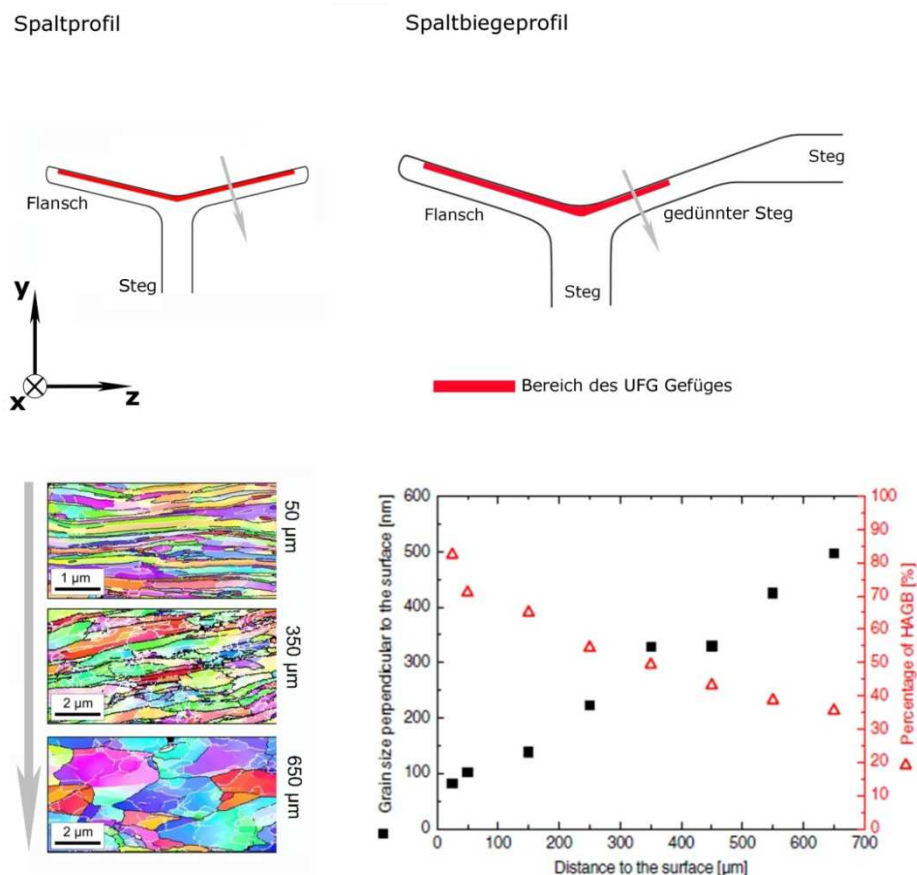


Abb. 17: Gefügegradient in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen, rechts unten: ZStE 500 Spaltprofil, Kornabmessungen und Anteil an Großwinkelkorngrenzen (HAGB) als Funktion des Abstands von der Flanschoberseite [Bohn, 2008a]

Durch den nahezu einachsigen Materialfluss beim Spaltprofilieren und Spaltbiegen weisen die sich bildenden UFG Gefüge eine „pancake“-artige Form auf, d.h. die Korn-dimensionen sind stark richtungsabhängig (siehe Abb. 18). In Quer- und Längsschliffen der Profile liegen senkrecht zur Flanschoberseite sehr geringe Kornabmessungen vor, parallel zur gespaltenen Oberfläche sind die Kornabmessungen um ein vielfaches größer. Die minimalen Kornabmessungen senkrecht zur Flanschoberseite werden als „pancake-Dicke“ bezeichnet. Die pancake-Dicke liegt bei ca. 80-100 nm. Betrachtet man die Oberfläche der Flansche (Flachschliff), sind die Körner mit bis zu ca. $0,9\ \mu\text{m}$ deutlich größer, liegen aber immer noch unter $1\ \mu\text{m}$ [Bohn, 2008a; Müller, 2007; Müller, 2008; Bohn, 2010; Kaune, 2012].

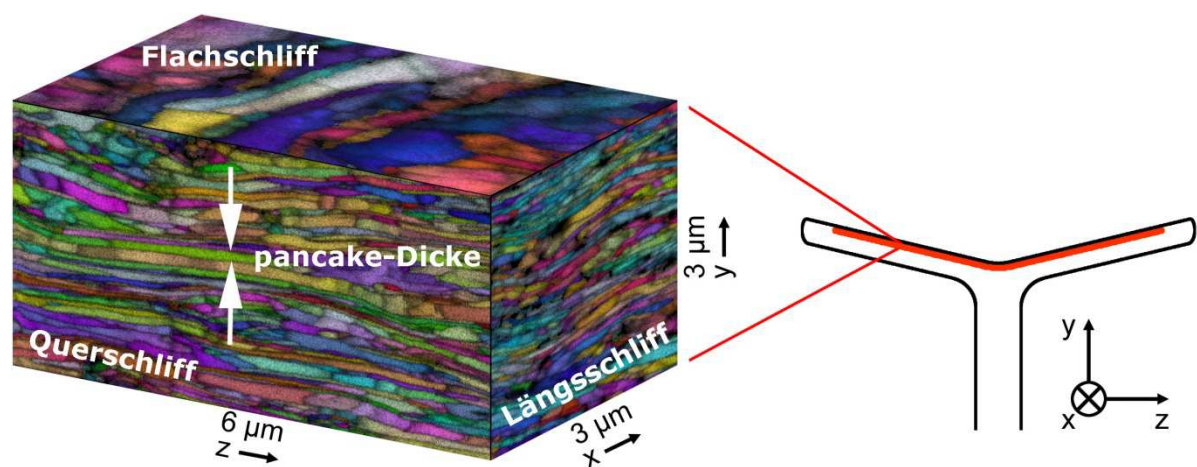


Abb. 18: Dreidimensionale EBSD-Gefügaufnahme aus dem Bereich des UFG Gefüges eines Spaltprofils

2.3.5. Eigenschaften der UFG Gefüge in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen

In den folgenden Abschnitten werden die mechanischen Eigenschaften sowie die thermische Stabilität der UFG Gefüge in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen vorgestellt. In der vorliegenden Arbeit wird eine Modifikation der Eigenschaften dieser UFG Gefüge durchgeführt, die in den folgenden Abschnitten aufgeführten Eigenschaften dienen hierfür als Grundlage. Aus diesem Grund werden die Eigenschaften der UFG Gefüge in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen separat von den Eigenschaften der UFG Gefüge, welche durch Verfahren der SPD oder S²PD hergestellt wurden, aufgeführt.

Eigenschaften unter statischer Belastung

Die mechanischen Eigenschaften von Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen sind, wie auch das Gefüge, gradientenbehaftet. Dies zeigt sich durch einen steilen Härtegradienten senkrecht zur ultrafeinkörnigen Flanschoberseite (Abb. 19a). An der Flanschoberseite, d.h. im Bereich des UFG Gefüges, hat sich die Härte durch das Spaltprofilieren im Vergleich zu dem Material im Anlieferungszustand nahezu verdoppelt. Mit zunehmendem Abstand von der Flanschoberseite nimmt die Härte kontinuierlich ab, sie liegt jedoch auch an der kaltverfestigten Flanschunterseite noch über der Härte des unbehandelten Ausgangsmaterials.

In konstantem Abstand zur gespaltenen Oberfläche sind Gefüge wie mechanische Eigenschaften konstant, d.h. Bereiche gleichen Gefüges gehen mit Bereichen konstanter mechanischer Eigenschaften einher. Dies zeigen Härtemessungen parallel zur Flanschoberseite in einer konstanten Tiefe – es liegt ein Härteplateau im Bereich des UFG Gefüges vor, zu den Flanschspitzen hin fällt die Härte kontinuierlich ab (Abb. 19b) [Bohn, 2008a; Müller, 2007; Müller, 2008].

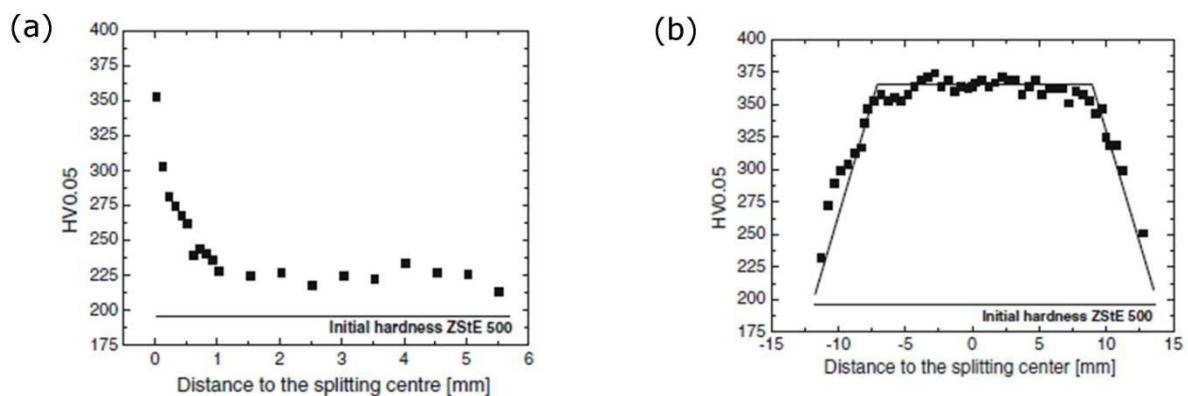


Abb. 19: Härteverläufe an spaltprofiliertem ZStE 500; senkrecht zur gespaltenen Oberfläche (a), parallel zur gespaltenen Oberfläche (b) [Bohn, 2008a]

Zugversuche an Proben aus dem Flansch zeigen eine Festigkeitssteigerung von über 60 % gegenüber dem Material im Anlieferungszustand (siehe Abb. 20). Obwohl das Gefüge der aus dem Flansch entnommenen Zugproben nur zu ca. einem Drittel ultrafeinkörnig ist, zeigen die Spannungs-Dehnungs-Kurven einen für UFG Materialien charakteristischen Verlauf. Neben einer deutlich erhöhten Festigkeit weisen die Flanschproben eine geringe Gleichmaßdehnung bzw. geringes Verfestigungsvermögen sowie ein duktiles Bruchverhalten auf [Bohn, 2008a; Bohn, 2010].

Nach Müller et al. [Müller, 2007] können lokale Festigkeiten aus den gemessenen Härte­daten berechnet werden. Auf diesem Weg ist es möglich, Festigkeiten direkt im Bereich des ultrafeinkörnigen Gefüges zu bestimmen, ohne den Gefügegradienten berücksichtigen zu müssen. An den Flanschoberseiten spaltprofilierter Profile aus ZStE 500 werden durch die UFG Gefüge lokale Streckgrenzen von über 1000 MPa erzielt.

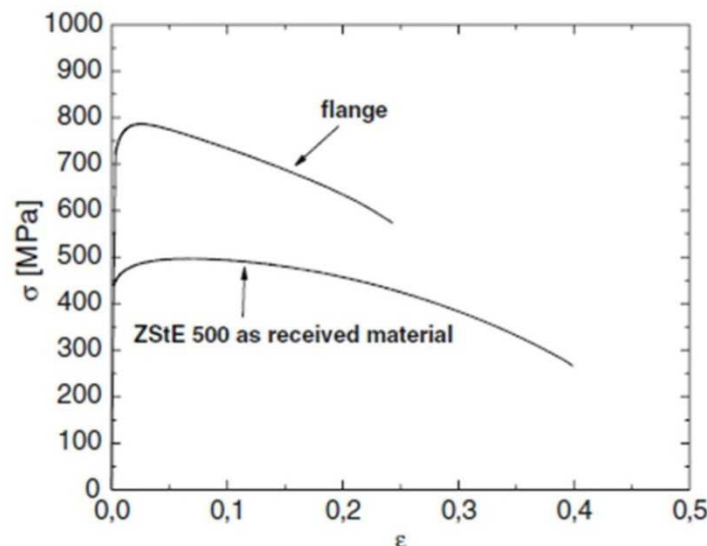


Abb. 20: Technisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm von ZStE 500 im Anlieferungszustand sowie nach dem Spaltprofilieren (Flansch) [Bohn, 2008a]

Eigenschaften unter zyklischer Belastung

Untersuchungen zu dem Ermüdungsverhalten von UFG Gradientengefügen von el Dsoki et al. an Spaltprofilen aus dem Werkstoff ZStE 500 ergaben in dehnungsgeregelter Versuchsführung die für UFG Gefüge typischen höheren Lebensdauern im HCF-Bereich. Im LCF-Bereich wiesen die UFG Gefüge und das Ausgangsmaterial vergleichbare Festigkeiten auf. In spannungsgeregelten Versuchen zeigte das spaltprofilerte, ultrafeinkörnige Material höhere Lebensdauern als das korrespondierende Material mit grobkörnigem Gefüge. Die Festigkeitssteigerung durch das Spaltprofilieren und die damit einhergehende Bildung von UFG Gefügen wirkt sich somit positiv auf die Ermüdungseigenschaften aus [el Dsoki, 2007]. Ermüdungsversuche unter 3-Punkt-Biegebelastung wurden von Bruder [Bruder, 2011] an spaltprofilertem ZStE 500 und spaltgebogenem DD11 durchgeführt und ergaben eine massive Verbesserung der Ermüdungseigenschaften im HCF-Bereich, durch die Bildung von UFG Gefügen. Die Dauerfestigkeit spaltgebogener Profile stieg im Vergleich zum Anlieferungszustand um ca. 150 % (siehe Abb. 21).

Eine zunehmende Mittelspannung verursacht im Allgemeinen eine Abnahme der ertragbaren Spannungsamplituden. Bleibt die Spannungsamplitude unabhängig von der Mittelspannung konstant, liegt keine Mittelspannungsempfindlichkeit des Werkstoffes vor. Insbesondere höherfeste Werkstoffe zeigen eine hohe Mittelspannungsempfindlichkeit [Klubberg, 2007; Schütz, 1971]. Eine weitere Werkstoffeigenschaft, die die Schwingfestigkeit beeinflusst, ist die Kerbempfindlichkeit. Im Fall höherfester Werkstoffe setzen Kerben die ertragbaren Spannungsamplituden meist stärker herab als bei niedrigfesten Werkstoffen [Schütz, 1971].

Nach Landersheim et al. [Landersheim, 2009] tritt in Spaltprofilen mit UFG Gradientengefügen trotz der gesteigerten Festigkeit keine erhöhte Mittelspannungs- und Kerbempfindlichkeit auf. Die unerwartet niedrige Mittelspannungsempfindlichkeit der UFG-Flanschproben könnte sich nach Landersheim et al. möglicherweise auf in den Flanschen vorhandene Zugeigenspannungen zurückführen lassen.

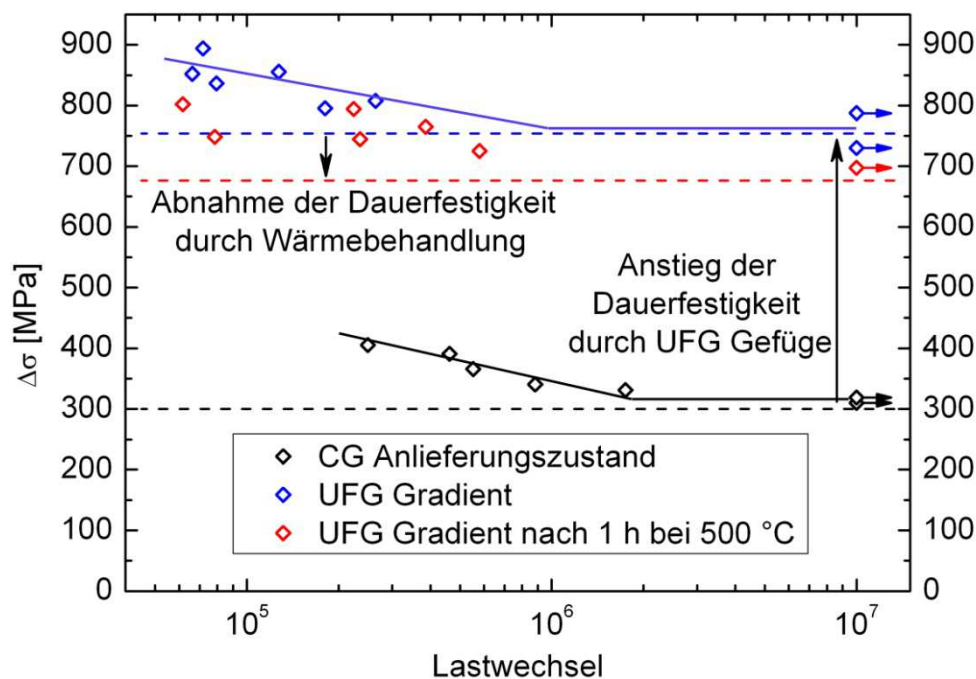


Abb. 21: DD11, Wöhlerkurven für 3-Punkt-Biegebelastung von ultrafeinkörnigem (UFG) Material sowie grobkörnigem (CG) Material, $R = 0,2$ [Bruder, 2011]

Tomasella et al. [Tomasella, 2012] untersuchten das Risswachstumsverhalten in Spaltprofilen mit UFG Gradientengefügen. Der Gefügegradient in den Flanschen zeigte einen signifikanten Einfluss auf das Risswachstum. Im Ausgangszustand breitete sich der Ermüdungsriss unter Modus I aus. Im Flansch wuchs der Ermüdungsriss im Bereich des ultrafeinkörnigen Gefüges deutlich schneller als an der kaltverfestigten Unterseite, was zu einer Verkipfung der Rissfront führte, d.h. das Risswachstum ging von Modus I in Modus II über (siehe Abb. 22). Im Bereich des UFG Gefüges traten parallel zur Flanschoberseite Sekundärrisse entlang der Korngrenzen der pancake-förmigen Körner auf.

Das beschleunigte Risswachstum im Bereich des UFG Gefüges zeigt eine gute Korrelation zu dem in Abschnitt 3.2.5. diskutierten geringen Widerstand ultrafeinkörniger Gefüge gegen Rissausbreitung.

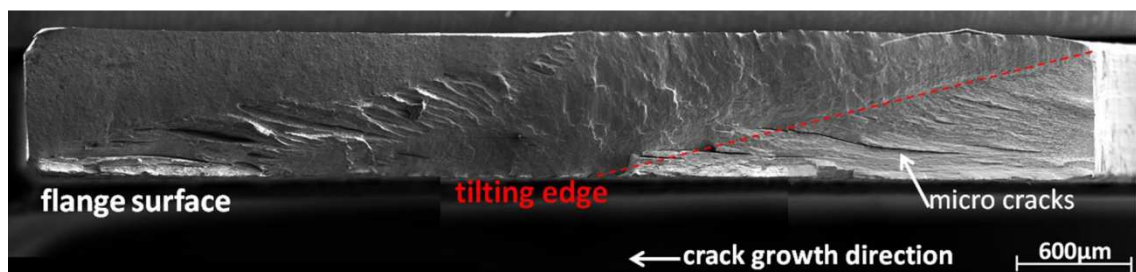


Abb. 22: Bruchfläche einer ermüdeten Flanschprobe [Tomasella, 2012]

Thermische Stabilität

Die Gefüge hochumgeformter Bauteile wie beispielsweise UFG Gefüge in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen weisen eine hohe Dichte an Versetzungen und Korngrenzen auf und befinden sich daher nicht im thermodynamischen Gleichgewicht. Somit besteht eine hohe Triebkraft zur Rekristallisation bzw. zu Kornwachstum. Ferritische Stähle, wie ZStE 500, zeigen aufgrund ihrer hohen Stapelfehlerenergie eine starke Erholung. Bruder et al. [Bruder, 2008; Bruder, 2011] stellten an Spaltprofilen aus ZStE 500 ab 450°C eine Fragmentierung der pancake-förmigen Struktur fest; die pancake-Dicke blieb hierbei nahezu unverändert. Die Bildung der neuen Korngrenzen fand durch eine Umlagerung von Versetzungen statt, wodurch sich die Versetzungsdichte verringerte und die Härte abnahm. Der in Richtung der Flanschoberseite zunehmende Effekt der Erholung bei einer Temperatur von 450°C auf die Härte, deutet auf eine stärkere Abnahme der Versetzungsdichte in diesem Bereich hin und legt nahe, dass neben dem Gradienten in der Korngröße auch ein Gradient in der Versetzungsdichte vorliegt.

Eine Wärmebehandlung spaltprofilierter Bleche aus ZStE 500 bei einer Temperatur von 500°C führte zu einer Härteabnahme, insbesondere im Bereich der Flanschoberseite, d.h. im Bereich des UFG Gefüges. Diese Härteabnahme ist auf eine reduzierte Versetzungsdichte zurückzuführen, da die pancake-Dicke des UFG Gefüges durch die Wärmebehandlung nahezu unverändert blieb. Der Grad der Erholung ist im Bereich der höchsten Versetzungsdichte am größten, daher ist die Härteabnahme an der Flanschoberseite am stärksten ausgeprägt [Schuster, 2009].

Bei einer Glüh Temperatur von 550°C trat eine Vergrößerung der Mikrostruktur auf, die den für Spaltprofile typischen Gefügegradienten zerstörte. Hierdurch kam es zu einer Duktilitätszunahme sowie zu einer Abnahme von Härte und Streckgrenze, jedoch nicht unterhalb derer des Materials im Ausgangszustand [Bruder, 2008]. Ab einer Temperatur von 550°C wurde diskontinuierliches Kornwachstum und eine Rekristallisation des Gefüges festgestellt [Bruder, 2011].

2.4. Plasmanitrieren

Nitrieren ist ein thermochemischer Prozess, d.h. ein Prozess der bei erhöhten Temperaturen abläuft und der eine Veränderung der chemischen Zusammensetzung in der Randzone eines Werkstücks bewirkt. Nitrieren führt zu einer Verbesserung des Verschleißverhaltens, der Oberflächenhärte sowie dem Korrosionsverhalten des behandelten Bauteils. Auch die Ermüdungsfestigkeit des Werkstückes kann durch eine Nitrierbehandlung gesteigert werden. Die nitrierte Randschicht weist eine Anlassbeständigkeit bis ca. 500°C auf und zeichnet sich gegenüber anderen Randschichthärtungsverfahren durch einen besonders geringen Verzug aus, da während der Abkühlung von der Nitriertemperatur keine Phasenumwandlungen im Werkstück stattfinden [Bergmann, 1991].

Als Stickstoff-Spender werden typischerweise Ammoniak (Gasnitrieren), molekularer Stickstoff (Plasmanitrieren) oder Zyanbäder (Salzbadnitrocarburieren) verwendet. Im binären Fe-N-System liegt die eutektoide Temperatur bei 590°C (siehe Abb. 23, links), d.h. während des Nitriervorganges können Prozesstemperaturen von maximal 590°C verwendet werden. Die untere Grenze der Behandlungstemperatur ergibt sich aus einer für technische Anwendungen nur unzureichenden Stickstoffdiffusion unterhalb einer Temperatur von ca. 350°C [Bergmann, 1991; Lerche, 2010]. Nitrieren wird meist bei Prozesstemperaturen zwischen 500°C und 550°C durchgeführt, es sind jedoch auch geringere Nitriertemperaturen möglich. Nitrocarburieren erfolgt meist bei vergleichsweise höheren Temperaturen (570°C -590°C) [Liedtke, 2010].

Die erzeugte Nitrierschicht setzt sich aus einer Verbindungsschicht und einer Diffusionszone zusammen (siehe Abb. 23, rechts). Im oberflächennahen Bereich der Verbindungsschicht kann es zu der Bildung von Poren kommen, dem so genannten Poren-saum. Die Verbindungsschicht setzt sich aus γ - und/oder ϵ -Nitride zusammen. In der darunter liegenden Diffusionszone liegt der Stickstoff in das Eisengitter eingelagert und in Form von Nitriden vor [Bergmann, 1991].

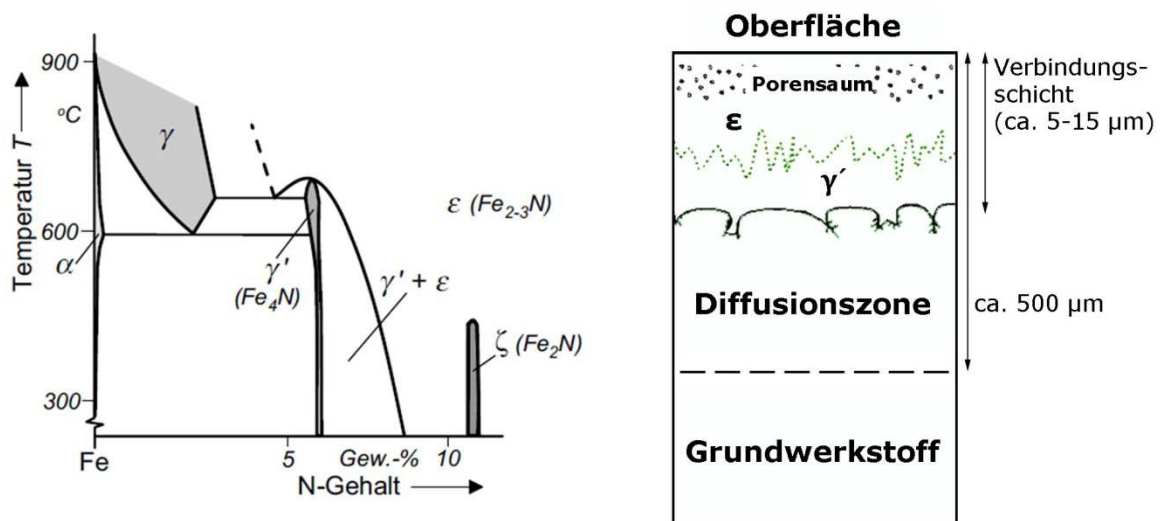


Abb. 23: Metastabiles Zustandsdiagramm Fe-N [Bergmann, 1991] (links); Aufbau einer Nitrier-schicht (rechts)

Der Prozess des Plasmanitrierens bietet die Möglichkeit, bei besonders niedrigen Prozesstemperaturen und mit kürzeren Prozessdauern zu arbeiten. So sind mithilfe des Plasmanitrierens auch Prozesstemperaturen unterhalb 400°C möglich [Huchel, 2010], während sie beispielsweise für das Gasnitrieren zwischen 490°C und 530°C liegen [Lerche, 2010]. Ein weiterer wesentlicher Vorteil des Plasmanitrierens liegt in der Möglichkeit, die Zusammensetzung der Verbindungsschicht durch eine gezielte Einstellung der Nitrieratmosphäre genau steuern zu können. So entstehen je nach Gaszusammensetzung einphasige γ' -Schichten, einphasige ϵ -Schichten oder Schichten, die sowohl γ' - als auch ϵ -Nitride enthalten. Durch eine Reduktion des Stickstoffangebotes ($\text{H}_2 \ll \text{N}_2$) lassen sich reine Diffusionsschichten ohne Verbindungsschicht erzeugen [Bergmann, 1991; Liedtke, 2010].

Bei dem Prozess des Plasmanitrierens fungiert das Werkstück als Kathode, die Wand des Nitrierbehälters (Ofen) fungiert als Anode. Der Ofenraum wird evakuiert (< 10 mbar) und zwischen der Anode (Ofenwand) und der Kathode (Werkstück) eine Spannung von einigen hundert Volt angelegt. Mit einem konstanten oder pulsierenden Gleichstrom mit einer Stromstärke von ca. 10 A wird eine Glimmentladung in unmittelbarer Nähe der Werkstückoberfläche erzeugt. Durch die hohe Spannung kommt es zu einer Ionisation des Stickstoffs. Die gebildeten Stickstoffionen werden auf das Werkstück beschleunigt. Die Prozessparameter, die während des Nitrierprozesses variiert werden können, sind die Nitrierdauer, die Nitriertemperatur sowie die Nitrieratmosphäre. Einer typischen Nitrierbehandlung wird ein Sputtern (mit Ar) der Werkstückoberfläche vorgeschaltet, um die Probe zu reinigen. Der Temperaturverlauf einer typischen Plasmanitrierbehandlung ist in Abb. 24 gezeigt.

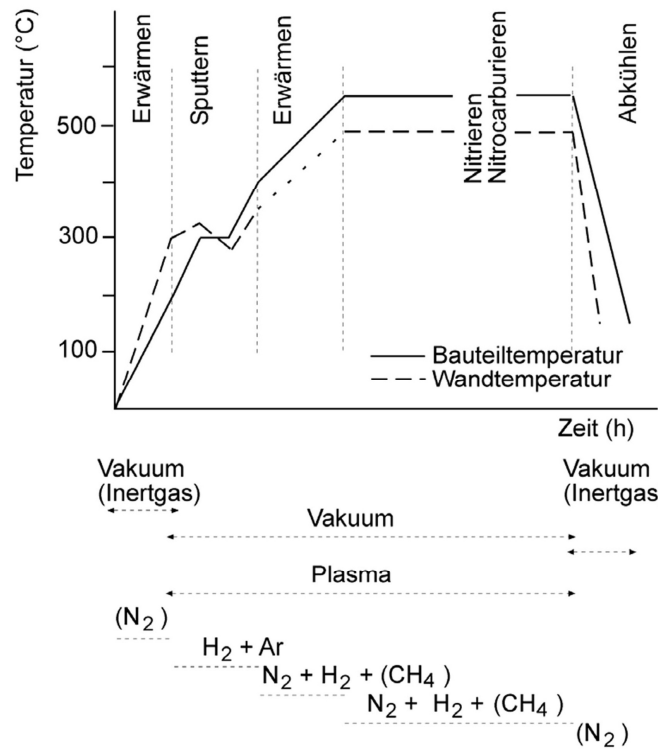


Abb. 24: Prozessablauf beim Plasmanitrieren [Huchel, 2010]

Stickstoffatome sind etwa halb so groß wie Eisenatome, dies ermöglicht das Einlagern von Stickstoff auf Zwischengitterplätzen des Eisens. Die maximale Löslichkeit von Stickstoff in ferritischem Eisen bei 590°C beträgt 0,1 Massen%, bei Raumtemperatur nur noch 0,001 Massen%. Aufgrund des hohen Stickstoffangebotes während des Nitrierens kommt es nach der Einlagerung von Stickstoff in das Eisengitter zu der Bildung von Nitridausscheidungen. Stickstoff bildet neben Eisen auch mit anderen Legierungselementen Nitride, insbesondere mit den Elementen Aluminium, Chrom, Titan, Vanadium und Molybdän. Carbide können ebenfalls Stickstoff aufnehmen, für Zementit wurde eine Löslichkeit von 0,1 Massen% Stickstoff nachgewiesen [Liedtke, 2010].

Die durch das Nitrieren entstandene Nitrierschicht besteht aus einer Verbindungsschicht und einer Diffusionszone (siehe Abb. 23, rechts). Die Verbindungsschicht besteht aus einer intermetallischen Verbindung von Eisen und Stickstoff und ist je nach Werkstoffzusammensetzung einige μm dick. Die Diffusionsgeschwindigkeit von Stickstoff in der Verbindungsschicht ist über eine Größenordnung geringer als in α -Eisen, so dass die Stickstoffaufnahme maßgeblich durch die Dicke und Diffusität der Verbindungsschicht bestimmt ist.

Während des Nitrierprozesses bilden sich zunächst an Keimpunkten, wie beispielsweise Korngrenzen, kubisch flächenzentrierte γ' -Nitride (Fe_4N). Diese Nitride vergrößern sich und wachsen zu einer geschlossenen Verbindungsschicht heran. In dieser werden ab einer Konzentration von 7,7 Massen% Stickstoff hexagonale ϵ -Nitride (Fe_{2-3}N) gebildet, welche sandwichartig auf das γ' -Nitrid aufwachsen. Die ϵ -Nitride sind härter und spröder als die γ' -Nitride, da sie eine geringere Anzahl an Gleitsystemen besitzen; außerdem besitzen sie eine geringere Adhäsionsneigung als γ' -Nitride. Mit zunehmendem Anteil an ϵ -Nitriden nimmt der Verschleißwiderstand der Verbindungsschicht zu.

Durch die entkohlende Wirkung des Nitriermediums beim Plasmanitrieren kann es zu einer der Stickstoffdiffusion entgegen gerichteten Diffusion von Kohlenstoff kommen. Die um Größenordnungen geringere Diffusionsgeschwindigkeit von Kohlenstoff in der Verbindungsschicht verzögert den Kohlenstofftransport an die Oberfläche und kann zu einer Kohlenstoffanreicherung unterhalb der Verbindungsschicht führen. Druckeigenspannungen im Werkstück können ebenfalls eine Behinderung der Kohlenstoffdiffusion bewirken. Die Anreicherung von Kohlenstoff sowie das Auftreten von Perlit begünstigen die Bildung von ϵ -Carbonitrid ($\text{Fe}_2(\text{N,C})_{1-x}$) [Liedtke, 2010; Hirsch, 2004].

Während des Nitrierens kann es durch die hohe Stickstoffkonzentration im Bereich der Verbindungsschicht zu einer Rekombination von Stickstoff kommen. Dies führt zu der Ausbildung von Poren. Teilweise bilden sich Porensäume in der Verbindungsschicht, welche die positiven Eigenschaften der Verbindungsschicht herabsetzen. Da die Verbindungsschicht durch die Veränderungen des in die Randschicht eindiffundierenden Stickstoffes zustande kommt und nicht durch das Abscheiden von Nitriden entsteht, wie es bei einem Beschichtungsprozess der Fall ist, werden im Ausgangsgefüge vorhandene Ausscheidungspartikel, wie beispielsweise Oxide, Mangansulfide etc. in der Verbindungsschicht abgebildet. Die Verbindungsschicht lässt sich mit üblichen Ätzmitteln nur schwer anätzen, nach der Ätzung mit Nital erscheint sie hell und strukturlos [Liedtke, 2010].

Die unterhalb der Verbindungsschicht liegende Diffusionszone ist einige 100 μm dick. Bei unlegierten Stählen befinden sich die beim Nitrieren aufgenommenen Stickstoffatome zunächst auf Zwischengitterplätzen (Oktaederlücken). Bei Raumtemperatur übersteigt die aufgenommene Menge an Stickstoff das Lösungsvermögen des Ferrits. Bei langsamer Abkühlung scheiden sich daher im Ferrit γ' -Nitride aus, deren Länge maximal der Ferritkorngröße entsprechen (siehe Abb. 25). Legierte Stähle zeigen diese nadelförmigen Nitridausscheidungen nicht, sondern stattdessen lichtmikroskopisch nicht sichtbare Ausscheidungen von Chrom-, Aluminium- und anderen Nitriden.

ausgeschiedene
 γ' -Nitride

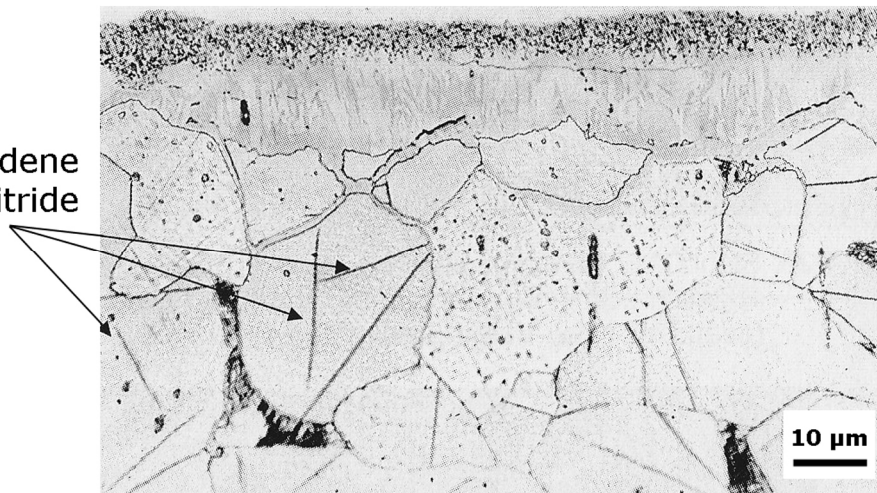


Abb. 25: Lichtmikroskopische Gefügaufnahme der Randschicht des Stahls C15 nach dem Nitrocarburieren [Liedtke, 2010]

Die durch das Nitrieren verursachte Härtesteigerung wird zum einen durch den kristallographischen Aufbau der Verbindungsschicht und zum anderen durch die Ausscheidungshärtung im Bereich der Diffusionszone verursacht. Die Härte der Verbindungsschicht von unlegierten und niedrig legierten Stählen liegt bei ca. 700 HV, während sie bei legierten Stählen Werte über 1000 HV erreichen kann. Die Härtesteigerung im Bereich der Diffusionszone ist von verschiedenen Faktoren abhängig; sie wird beeinflusst durch die Art und Menge von Legierungselementen, die Nitrierdauer, die Nitriertemperatur, der Nitrieratmosphäre sowie dem Gefügezustand vor dem Nitrieren. Ein schematischer Härteverlauf nach dem Nitrieren sowie einige Einflussfaktoren auf die durch die Nitrierbehandlung erzielbare Härte sind in Abb. 26 aufgezeigt [Liedtke, 2010; Pohl, 1997]. Die Höhe der durch die Nitrierbehandlung erreichten Festigkeitssteigerung ist proportional zu der Quadratwurzel der Konzentration des Nitridbildners. Während die Nitridbildner Titan, Vanadium und Chrom ungefähr den gleichen Einfluss auf die Festigkeitssteigerung ausüben, bewirkt Aluminium eine deutliche größere Härtesteigerung [Spies, 2010b].

Unabhängig für alle Legierungselemente erreicht die Randhärte bei ca. 1300 HV_{0,3} einen Sättigungswert. Nach dem Erreichen dieses Wertes ändert sich die Randhärte durch eine Erhöhung der Konzentration an Legierungselementen nicht mehr [Bor, 1977; Kirkwood, 1974].

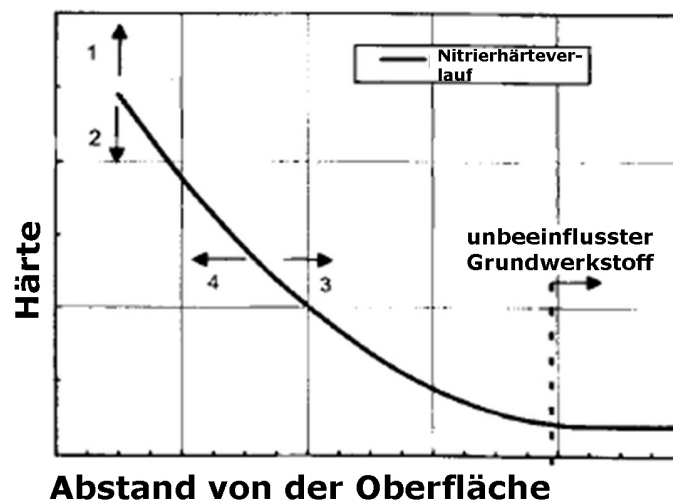


Abb. 26: Einflüsse auf den Härteverlauf durch das Nitrieren [Pohl, 1997]

- | | |
|---|---|
| 1: höherer Legierungsgehalt | 2: niedrigerer Legierungsgehalt |
| 3: längere Behandlungszeit
höhere Temperatur
niedrigerer Legierungsgehalt | 4: kürzere Behandlungszeit
niedrigere Temperatur
höherer Legierungsgehalt |

Neben einer gesteigerten Festigkeit führt Nitrieren zu der Ausbildung von Druckeigen-
spannungen. In der Diffusionsschicht werden typischerweise Druckeigen-
spannungen in Höhe von ca. -200 MPa durch die Einlagerung von Stickstoff auf Zwischengitter-
plätzen des Eisens sowie durch die Nitridausscheidungen hervorgerufen [Spies,
2010a]. Bedingt durch die höhere Festigkeit und die Druckeigen-
spannungen führt Nitrieren meist zu einer Verbesserung der Ermüdungseigenschaften. Nitrierte Bauteile
zeichnen sich durch eine hohe Dauerfestigkeit und eine geringe Kerbempfindlichkeit
aus. Aufgrund der hohen Härte verbunden mit einer geringen Zähigkeit der Nitrier-
schichten zeigen nitrierte Bauteile eine erhöhte Überlastempfindlichkeit und somit nur
geringfügig höhere Lebensdauern im Zeitfestigkeitsbereich. Mit zunehmendem Bau-
teildurchmesser verringert sich der Einfluss des Nitrierens auf die Dauerfestigkeit
[Liedtke, 2010].

Nitrieren führt zu einer Verbesserung des Verschleißverhaltens [Karamis, 2000], hier-
für sind je nach Beanspruchung die Verbindungsschicht, die Diffusionsschicht oder
beide Nitrierschichten maßgeblich. Die Verbindungsschicht ist besonders wirksam ge-
gen Adhäsion, Abrasion und Tribooxidation. Die Diffusionsschicht hat eine stützende
Wirkung bei flächiger Belastung. Bei ausreichend hoher Härte wirkt die Diffusionszo-
ne abrasivem Verschleiß entgegen, sie wird wirksam sobald die Verbindungsschicht
abgetragen ist. Für die industrielle Anwendung von besonderem Interesse ist die Er-
höhung des Widerstandes gegen Wälzverschleiß. Dies ist vor allem durch Diffusions-
schichten bei legierten Stählen gewährleistet [Liedtke, 2010].

2.4.1. Nitrieren von UFG Gefügen

Ultrafeinkörnige Gefüge befinden sich aufgrund ihrer hohen Dichte an Korngrenzen und Versetzungen nicht im thermodynamischen Gleichgewicht. Sie zeigen daher eine geringere thermische Stabilität als grobkörnigere Materialien [Lian, 1995]. Da eine Nitrierbehandlung stets bei erhöhten Temperaturen durchgeführt wird, besteht die Gefahr einer Zerstörung der ultrafeinkörnigen Gefüge sowie ihrer guten mechanischen Eigenschaften. Es besteht daher das Bestreben, zu niedrigeren Prozesstemperaturen überzugehen, um eine Rekristallisation bzw. starke Erholungsprozesse zu vermeiden.

Computersimulationen zeigen eine um mehrere Größenordnungen größere Konzentration an Leerstellen in den „nonequilibrium grain boundaries“ in UFG Gefügen im Vergleich zu Korngrenzen im Gleichgewicht [Murzaev, 2006; Schafler, 2005]. Diese erhöhte Leerstellenkonzentration wirkt sich signifikant auf den Diffusionskoeffizienten aus. Für durch SPD-Prozesse erzeugte Materialien konnte eine beschleunigte Korngrenzdiffusion nachgewiesen werden [Kolobov, 2001]. Die Korngrenzen in UFG Gefügen und nanokristallinen Materialien dienen als „Diffusionskanäle“ und ermöglichen eine beschleunigte Diffusion [Tong, 2008]. Wang et al. [Wang, 2003] konnten an einer durch SMAT hergestellten, nanokristallinen Fe-Probe eine um 4-5 Größenordnungen höhere Diffusionsrate für Cr feststellen, im Vergleich zu grobkörnigem α -Fe. Eine Glühbehandlung einer SMAT-Probe bei 400°C führte zu keiner Änderung der Gefügeabmessungen, die Korngrenzen befanden sich jedoch in einem gleichgewichtsnäheren Zustand. Diese Glühbehandlung zeigte einen deutlichen Einfluss auf die Diffusionstiefe von Cr in das Material hinein. Die Diffusionstiefe nahm durch die Glühbehandlung deutlich ab, was darauf hinweist, dass die hohen Diffusionsraten in nanokristallinen Materialien auf die nicht im Gleichgewicht befindlichen Korngrenzen zurückzuführen sind [Wang, 2005b].

Untersuchungen an nanokristallinen und ultrafeinkörnigen Fe-Basislegierungen, hergestellt durch SMAT bzw. HPT, zeigen einen deutlichen Einfluss der hohen Korngrenzdicke auf die Kinetik des Nitrierprozesses. Tong et al. [Tong, 2003; Tong, 2006] konnten zeigen, dass Nitrieren von nanokristallinem Eisen bei einer Nitriertemperatur von 300°C und einer Nitrierdauer von 9 Stunden zu einer geschlossenen Verbindungsschicht mit einer Dicke von 10 μm führt. Die Verbindungsschicht zeigte die gleiche Härte und Zusammensetzung wie eine an grobkörnigem Material durch konventionelles Gasnitrieren bei höheren Nitriertemperaturen hergestellte Nitrierschicht. Grobkörniges Eisen bildet bei einer Nitriertemperatur von 300°C aufgrund der positiven Bildungsenthalpie für γ - und ϵ -Nitride bei solch niedrigen Temperaturen keine Nitride aus. Nach Tong et al. ist die Ausbildung einer geschlossenen Verbindungsschicht bei 300°C auf die in der hohen Defektdichte gespeicherte Energie zurückzuführen. Durch diese Überschussenergie verschiebt sich die Gibbs'sche Freie Energie für die Bildung von Nitriden in nanokristallinem Eisen ins Negative, d.h. auch bei 300°C können sich in nanokristallinen Materialien Nitride bilden. Ein weiterer Grund für die beschleunigte Kinetik beim Nitrieren nanokristalliner Materialien ist die um Größenordnungen höhere Keimbildungsrate an Korngrenzen durch die stark erhöhte Korngrenzdicke in nanokristallinen Werkstoffen.

Unterhalb der Verbindungsschicht liegt eine Mischung von Nitriden und α -Fe vor. Für ϵ -Nitride konnte gezeigt werden, dass die Keimbildungsarbeit an Korngrenzen geringer ist als im Korninneren und die Keimbildung somit bevorzugt an Korngrenzen stattfindet [Tong, 2004].

Die an nanokristallinen Materialien gefundenen Ergebnisse lassen sich nach Ferkel et al. [Ferkel, 2003; Ferkel, 2002] auf ultrafeinkörnige Gefüge übertragen. Plasmanitrieren von UFG-Fe bei Temperaturen von 350°C und 400°C führte zu Verbindungsschichten, welche im Bereich des ultrafeinkörnigen Gefüges gleichmäßiger ausgebildet waren bzw. die doppelte Dicke als die im grobkörnigen Ausgangsmaterial erzeugten Verbindungsschichten zeigten (siehe Abb. 27). Bei einer Nitriertemperatur von 350°C wuchsen die Nitride im grobkörnigen Ausgangszustand entlang der wenigen Korngrenzen nadelförmig in das Korninnere. Durch die Erzeugung einer ultrafeinkörnigen Mikrostruktur liegen deutlich mehr Nukleationszentren in Form von Korngrenzen vor, sodass die Ausbildung einer gleichmäßigen Verbindungsschicht auch bei tiefen Nitriertemperaturen erfolgen kann. Geschlossene Verbindungsschichten bilden sich in ultrafeinkörnigen Gefügen schneller als in grobkörnigen Gefügen. Sobald eine geschlossene Verbindungsschicht vorliegt, wird die Stickstoffdiffusion in das Material hinein erschwert und eine weitere Stickstoffaufnahme somit gehemmt.

Untersuchungen bei konventionellen Nitriertemperaturen (500°C) von Tong et al. [Tong, 2007] an nanokristallinem Eisen zeigten den gleichen Effekt wie bei tiefen Nitriertemperaturen. Die Verbindungsschicht der nanokristallinen Probe wies die doppelte Dicke im Vergleich zu der Verbindungsschicht einer grobkörnigen Fe-Probe nach dem Nitrieren bei 500°C für eine Dauer von zwei Stunden auf. Während des Nitrierprozesses trat keine Rekristallisation des Gefüges auf. Im Bereich der nanokristallinen Oberfläche kam es zu einem leichten Kornwachstum, die Korngröße lag jedoch unter 100 nm.

Gu et al. [Gu, 2002] führten Untersuchungen an gasnitriertem, nanokristallinem kohlenstoffarmen Stahl durch. Die Prozesstemperaturen während des Gasnitrierens betrugen 460°C, 500°C und 560°C, die Nitrierdauern variierten zwischen 0,5 h und 18 h. Für alle Nitriertemperaturen und Nitrierdauern zeigten die Proben mit nanokristalliner Oberfläche eine größere Wachstumsgeschwindigkeit der Verbindungsschicht sowie dickere Verbindungsschichten als das korrespondierende grobkörnige Material.

Die Untersuchungen von Li et al. [Li, 2010] an nanokristallinem AISI 4140 Stahl, ergaben, im Unterschied zu obigen Erkenntnissen, eine nur sehr geringfügig dickere Verbindungsschicht bei einer Nitriertemperatur von 500°C. Während bei tiefen Nitriertemperaturen die Unterschiede in den Verbindungsschichtdicken in grobkörnigen und nanokristallinen Gefügen noch sehr deutlich ausgeprägt waren, verlor sich dieser Effekt mit steigender Nitriertemperatur zunehmend.

Die Möglichkeit, durch nanokristalline bzw. ultrafeinkörnige Oberflächen die Kinetik des Nitrierprozesses zu beschleunigen, ermöglicht das Nitrieren auch für thermisch instabile Werkstoffe. Desweiteren kann durch die Herstellung lokal begrenzter nanokristalliner bzw. ultrafeinkörniger Bereiche ein selektives Nitrieren zur Herstellung funktionaler Oberflächen erfolgen [Zehetbauer, 2009].

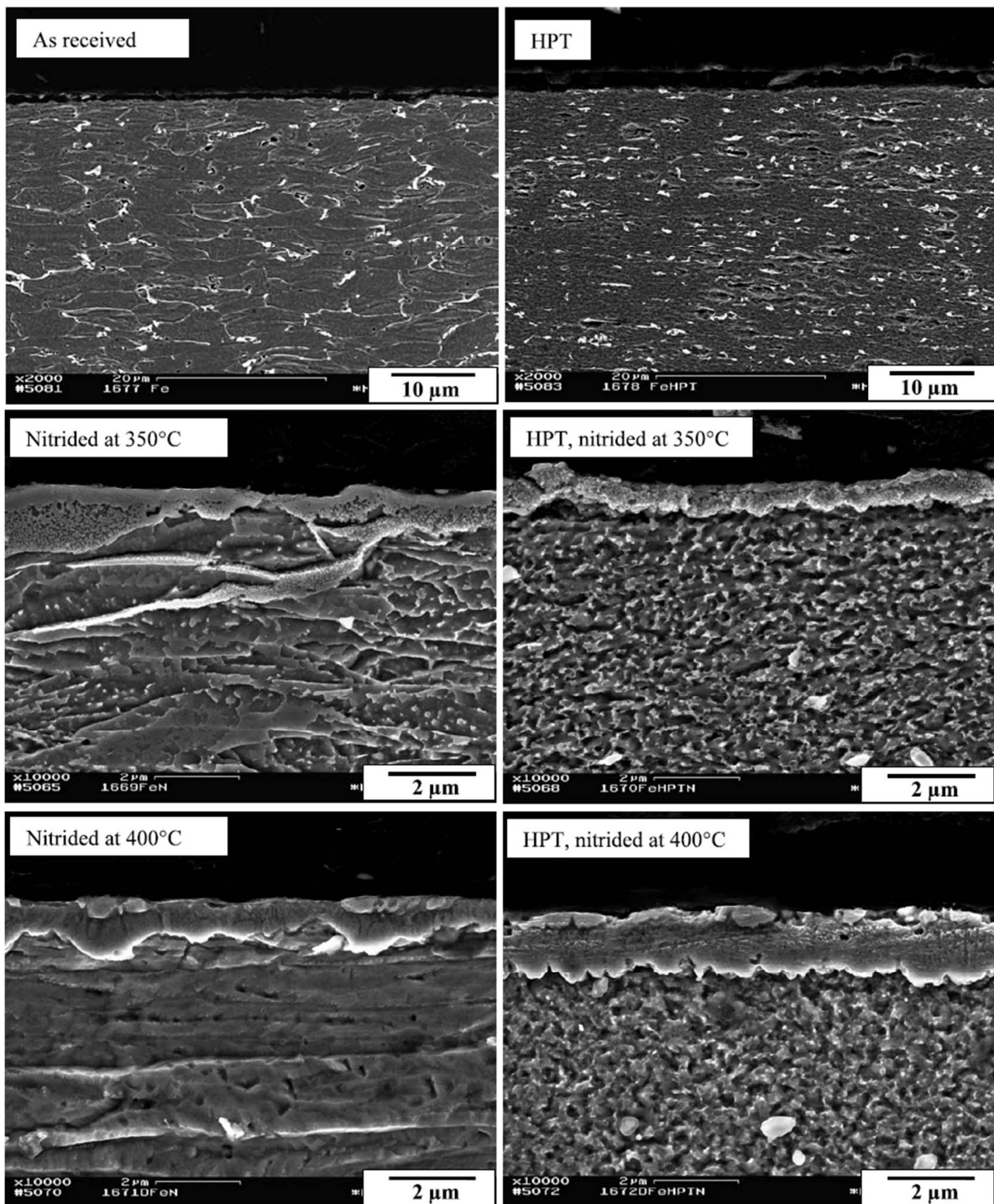


Abb. 27: Gefügeaufnahmen einer Fe-Probe im grobkörnigen Zustand (linke Seite) bzw. nach HPT (rechte Seite) im unbehandelten Zustand sowie nach dem Nitrieren bei 350°C 3 h bzw. 400°C 3 h [Ferkel, 2003]

Furuya et al. [Furuya, 2008] untersuchten die Ermüdungseigenschaften ultrafeinkörniger Werkstoffe nach 16-stündigem Nitrieren bei 500°C. Die Lebensdauern der ultrafeinkörnigen Stähle konnte durch eine Nitrierbehandlung gesteigert werden, für Stähle mit niedrigem Kohlenstoffgehalt (15C) kam es jedoch nur zu einer geringfügigen Verbesserung der Lebensdauer. Durch den höheren Gehalt an Kohlenstoff in 45C Stahl wurde das Gefüge nicht nur im Oberflächenbereich durch Nitridausscheidungen stabilisiert, sondern auch im Bauteilinneren fand eine Stabilisierung des Gefüges durch Zementit nach dem Zener-Effekt statt. Dadurch wiesen die 45C-Proben nach dem Nitrieren im Bauteilinneren eine geringere Härteabnahme als die 15C-Proben auf, was eine deutlichere Verbesserung der Ermüdungseigenschaften zur Folge hatte (siehe Abb. 28). Die Ermüdungsschädigung ging meist von Einschlüssen innerhalb oder direkt unter der Nitridschicht aus („fish-eye-fracture“).

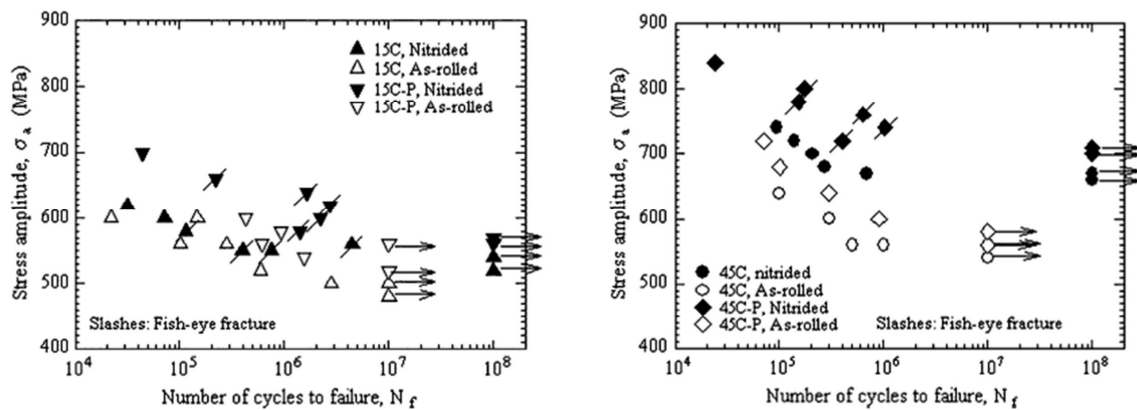


Abb. 28: Wöhlerkurven ($R = -1$) verschiedener ultrafeinkörniger Stähle (links: 15C, rechts: 45C) im nitrierten sowie im unbehandelten (as-rolled) Zustand [Furuya, 2008]

Die durch das Nitrieren verbesserte Verschleißbeständigkeit wird auch an ultrafeinkörnigen bzw. nanokristallinen Proben beobachtet [Tong, 2007]. Lin et al. [Lin, 2006] verglichen die Verschleißbeständigkeit eines nanokristallinen sowie eines grobkörnigen AISI 321 Stahles nach einer Nitrierbehandlung bei 400°C für 4 Stunden. Das nanokristalline Material zeigte nach dem Nitrieren ein deutlich besseres Verschleißverhalten als das korrespondierende grobkörnige nitrierte Material (siehe Abb. 29).

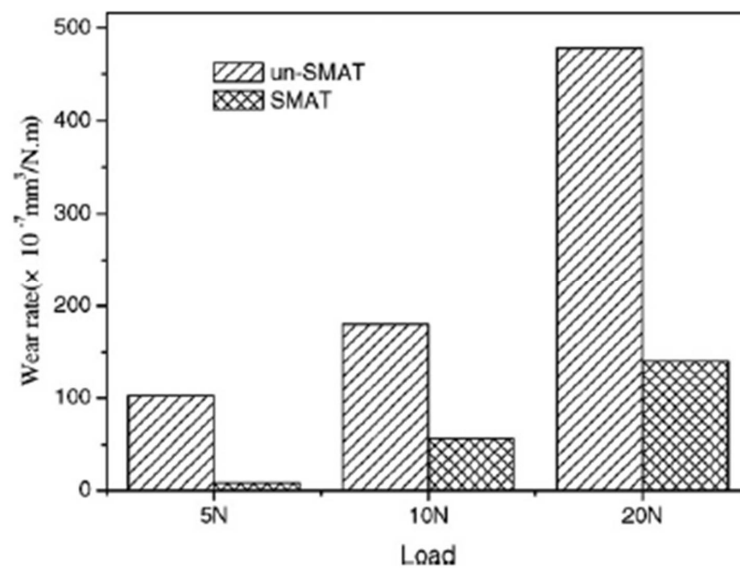


Abb. 29: Verschleißraten eines nanokristallinen sowie eines grobkörnigen AISI 321 Stahles [Lin, 2006]

2.5. Kugelstrahlen

Kugelstrahlen ist eine etablierte Methode zur Steigerung der Ermüdungsfestigkeit metallischer Bauteile, welche auch für Bauteile mit komplexer Geometrie eingesetzt werden kann (siehe Abb. 30). Bei diesem Verfahren treffen Kugeln mit hoher kinetischer Energie auf die Bauteiloberfläche und führen dort zu plastischen Verformungen. Die plastischen Verformungen durch den Kugelaufprall sind auf die Bauteiloberfläche beschränkt, daher kommt es neben der Kaltverfestigung des Werkstoffes zu der Entwicklung von Druckeigenspannungen [Schulze, 2006].

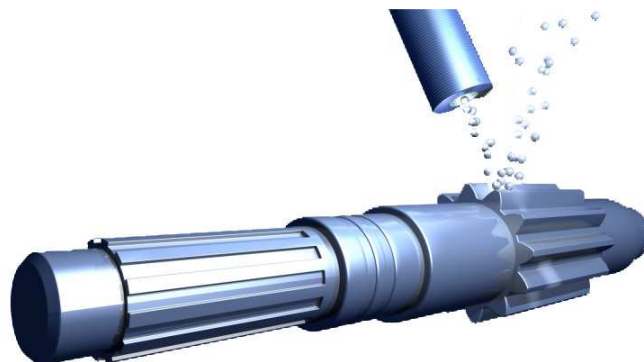


Abb. 30: Kugelstrahlen [OSK Kiefer GmbH]

Durch die plastische Verformung der Bauteiloberfläche wird die Dichte bzw. die Anordnung von Versetzungen verändert. Bei gehärteten Stählen, die bereits über eine sehr hohe Versetzungsdichte verfügen, wird die Versetzungsdichte durch eine Kugelstrahlbehandlung nicht weiter erhöht. Vielmehr findet eine Umordnung der Versetzungen statt, hin zu energetisch günstigeren Positionen. Bei harten Materialien nehmen die Verzerrungen durch das Kugelstrahlen somit ab. Bei weichen Materialien hingegen wird die Versetzungsdichte durch das Kugelstrahlen erhöht. In einem Härtebereich zwischen 400 und 500 HV heben sich die kugelstrahlbedingte Versetzungszunahme und die Versetzungsumordnung auf die Verzerrung auf [Scholtes, 1993].

Bei der Bildung von Eigenspannungen kann beim Kugelstrahlen zwischen zwei unterschiedlichen Deformationsprozessen unterschieden werden. Zum einen kommt es in den Oberflächenbereichen des Bauteils zu einer plastischen Streckung durch die Strahlmitteleinschläge. Die plastische Deformation ist direkt an der Oberfläche am stärksten ausgeprägt und nimmt mit zunehmendem Abstand von der Bauteiloberfläche ab. Dadurch wird die plastische Verformung der Oberfläche behindert und es kommt zu der Entwicklung von Druckeigenspannungen im Oberflächenbereich, im Bauteilinneren zu Zugeigenspannungen. Der zweite Deformationsprozess besteht in einer Hertz'schen Pressung in der Kontaktzone zwischen Strahlmittel und Strahlgut. Diese bewirkt lokal kurzzeitig einen inhomogenen dreiachsigen Spannungszustand, bei dem es zu einer Überschreitung der Streckgrenze des Materials in einer bestimmten Entfernung zur Oberfläche kommen kann. Diese Überschreitung der Streckgrenze hat die Bildung von Eigenspannungen unterhalb der Oberfläche zur Folge [Broszeit, 1989].

Kugelstrahlen bewirkt durch die induzierten Druckeigenspannungen in Kombination mit der Festigkeitserhöhung eine Verbesserung der Schwingfestigkeit – bei höherfesten Werkstoffen sind hierbei vor allem die Druckeigenspannungen ausschlaggebend. Neben der Kaltverfestigung des Werkstoffes und der Bildung von Druckeigenspannungen führt Kugelstrahlen auch zu einer starken Oberflächenaufräufung. Diese führt zu Spannungskonzentrationen und einer beschleunigten Rissbildung, was sich negativ auf die Schwingfestigkeit des Bauteils auswirken kann. Die festigkeitssteigernde Wirkung des Kugelstrahlens wirkt einer Rissbildung entgegen.

Die eingebrachten Druckeigenspannungen haben keinen Einfluss auf die Rissbildung, ihr Wirkungsbereich beschränkt sich auf die Rissausbreitung. Die Druckeigenspannungen überlagern sich den effektiv anliegenden Zugeigenspannungen und führen zu einem verlangsamten Risswachstum oder zu einem Rissstop [Broszeit, 1989; Gray, 1987].

Bei sehr hohen Lastspannungen kann es zu dem Abbau der Eigenspannungen durch die Schwingbeanspruchung kommen. Daher sind ausgeprägte Verbesserungen der Ermüdungseigenschaften durch eine Kugelstrahlbehandlung insbesondere im Bereich der Dauerfestigkeit zu erwarten, da hier die Lastspannungen niedrig liegen. Aus diesem Grund kommt es oft zu einem Zusammenlaufen der Wöhlerlinien eines ungestrahlten und eines kugelgestrahlten Zustandes im Bereich der Zeitfestigkeit [Schütz, 1986].

Aufgrund des Kräftegleichgewichtes treten nicht nur Druck-, sondern auch Zugeigen-
spannungen im kugelgestrahlten Bauteil auf. Die ermüdungsfestigkeitssteigernde Wir-
kung des Kugelstrahlens ist somit abhängig von der Art der Belastung. Während sich
bei axialer Zugbelastung die durch das Kugelstrahlen verursachten Zugeigenspannun-
gen zu der von außen angelegten Zugspannung addieren und somit zu einer Ver-
schlechterung der Ermüdungseigenschaften führen können, treten bei Biegebeanspru-
chung die maximalen Zugspannungen im Bereich der durch das Kugelstrahlen her-
vorgerufenen Druckeigenspannungen auf.

Bei Stählen ist die ermüdungsfestigkeitssteigernde Ursache abhängig von der Festig-
keit des kugelgestrahlten Werkstoffes. Bei weichen Werkstoffzuständen (≤ 255 HV)
wird eine erhöhte Schwingfestigkeit hauptsächlich durch eine Verfestigung des ober-
flächennahen Bereichs bewirkt. Die strahlbedingte Rauigkeitszunahme hat nur einen
geringfügigen schwingfestigkeitsmindernden Einfluss, der durch die Verfestigung aus-
geglichen werden kann. Bei mittelharten Werkstoffen ($350 \leq \text{HV} \leq 500$) wird die
Schwingfestigkeitssteigerung durch die eingebrachten Druckeigenspannungen erzielt.
Der negative Einfluss der Rauigkeit wird meist durch die positiven Einflüsse der Ver-
festigung kompensiert. Für harte Werkstoffzustände (≥ 650 HV) ist der gesamte Ver-
lauf der Eigenspannungen von Bedeutung, er bestimmt die lokal wirksamen Wechsel-
festigkeiten. Hochfeste Werkstoffzustände weisen meist eine hohe Kerbempfindlich-
keit auf. Strahlbedingte Rautiefenzunahmen wirken sich daher negativ auf die Le-
bensdauern unter Ermüdungsbelastung aus, diese sind im Fall hochfester Werkstoffe
jedoch relativ gering [Starker, 1983].

2.6. Fragestellung der Arbeit

Spaltprofile bzw. Spaltbiegeprofile besitzen aufgrund ihrer Geometrie und der in den Flanschen auftretenden UFG Gradientengefüge sehr gute mechanische Eigenschaften. Um die bereits sehr guten Eigenschaften der UFG Gefüge noch weiter zu verbessern und somit das Anwendungsspektrum von Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen zu erweitern, sollen die Profile mit ihren UFG Gradientengefügen plasmanitriert bzw. kugelgestrahlt werden.

Untersuchungen bezüglich des Plasmanitrierens von nitrierten, nanokristallinen bzw. ultrafeinkörnigen Metallen zeigen übereinstimmend einen signifikanten Einfluss der hohen Korngrenzdicke auf die Kinetik des Nitrierprozesses. Inwieweit sich diese Ergebnisse auf die pancake-förmigen UFG Gefüge in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen übertragen lassen ist fraglich, da durch die verlängerte, pancake-förmige Kornform der UFG Gefüge in Spaltprofilen bzw. Spaltbiegeprofilen deutlich weniger Nukleationszentren für die Bildung von Nitriden vorliegen als in nanokristallinen bzw. gleichachsigen UFG Gefügen. Auch die in der Literatur beobachtete beschleunigt stattfindende Korngrenzdiffusion kann in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen durch die verlängerte, parallel zur Oberfläche ausgerichtete Kornform im Bereich des UFG Gefüges weniger ausgeprägt stattfinden. Wie sich die pancake-förmigen UFG Gefüge bei einer Plasmanitrierbehandlung verhalten und inwieweit sich die Ergebnisse nitrierter nanokristalliner bzw. gleichachsiger UFG Gefüge auf die pancake-förmigen UFG Gefüge in Spaltprofilen übertragen lassen, soll in dieser Arbeit geklärt werden.

Ein weiterer Schwerpunkt der Untersuchungen in der vorliegenden Arbeit ist die Ermittlung optimaler Prozesstemperaturen für das Plasmanitrieren von Spaltprofilen. Die Prozessbedingungen müssen einerseits die Bildung geschlossener Verbindungsschichten gewährleisten sowie eine Verbesserung von Härte und Ermüdungsfestigkeit des Materials, andererseits muss darauf geachtet werden, nicht durch zu hohe Prozesstemperaturen die thermisch instabilen UFG Gefüge zu zerstören. Es gilt somit zu klären, ob trotz der geringen thermischen Stabilität der UFG Gradientengefüge in Spaltprofilen die Härte und die Festigkeit der UFG Gradientengefüge durch eine Plasmanitrierbehandlung weiter verbessert werden kann. Desweiteren gilt es zu klären, welchen Einfluss die hohe Versetzungsdichte bzw. die hohe Korngrenzdicke auf die Nitriereigenschaften der UFG Gradientengefüge ausüben.

Kugelstrahlen ist ein klassisches Verfahren zur Steigerung der Ermüdungsfestigkeit metallischer Bauteile. Durch eine Kugelstrahlbehandlung von Spaltbiegeprofilen mit UFG Gradientengefügen könnten die Ermüdungseigenschaften der UFG Gefüge weiter gesteigert werden. Desweiteren bietet das Verfahren die Möglichkeit einer Integration in den kontinuierlichen Fertigungsprozess.

Bezüglich des Kugelstrahlens ultrafeinkörniger Werkstoffe liegen bislang in der Literatur keine Informationen vor. Analogien könnten in den Verfahren der Surface Severe Plastic Deformation (S²PD) gesehen werden, da diese Verfahren eine Abwandlung der klassischen Methode des Kugelstrahlens darstellen.

Da bei den Verfahren der S^2PD jedoch die Erzeugung nanokristalliner Oberflächenschichten im Vordergrund stehen und nicht die Kugelstrahlbehandlung bereits existenter UFG Gefüge, geben diese Untersuchungen keine Auskunft über das Potential einer Kugelstrahlbehandlung auf die Eigenschaftsverbesserung von UFG Gefügen.

Durch die hohe Festigkeit ultrafeinkörniger Gefüge besteht prinzipiell ein großes Potential zur Einbringung von Druckeigenspannungen durch Kugelstrahlen. Inwieweit sich diese Druckeigenspannungen aufbauen lassen und ob sie zu einer Steigerung der Ermüdungsfestigkeit der UFG Gefüge beitragen können, ist Gegenstand der Untersuchungen in der vorliegenden Arbeit.

3. Experimentelle Durchführung

3.1. Werkstoffe

Im Rahmen dieser Arbeit kamen drei verschiedene Stähle zum Einsatz. Die Stähle ZStE 500 sowie ZStE 340 wurden in Form von Coilmaterial mit einer Blechdicke von 2 mm für das kontinuierliche Spaltprofilieren verwendet, der Stahl DD11 in Form von 6 mm dickem Platinenmaterial für die Herstellung von Spaltbiegeprofilen.

3.1.1. ZStE 500

Der niedriglegierte Stahl ZStE 500 ist ein für das Tiefziehen entwickelter, hochfester Feinkornbaustahl. Das Z steht hierbei für kaltgewalzte Stahlgüte, 500 bezeichnet die Mindeststreckgrenze in MPa, welche in mindestens einer Richtung (0°, 45° oder 90°) zur Walzrichtung vorliegen muss. ZStE 500 zählt zu der Kategorie der HSLA Stähle (High Strength Low Alloy), eine alternative Bezeichnung für ZStE 500 ist H480LA. Die 480 steht hierbei für die über alle drei Richtungen gemittelte Mindeststreckgrenze. Die chemische Zusammensetzung dieses Stahls ist bislang nicht genormt. Die Zusammensetzung von ZStE 500 Platinenmaterial wurde von der Fa. C.D. Wälzholz mithilfe eines Funkenspektrometers bestimmt, die Zusammensetzung des in dieser Arbeit verwendeten Coilmaterials kann geringfügig von der in Tabelle 1 angegebenen chemischen Zusammensetzung abweichen.

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung von ZStE 500 in Gew%

C	Mn	Cr	Ti	Nb	Al	P	S	Si	Fe
0,07	0,71	0,1	0,002	0,034	0,016	0,01	0,006	0,047	Rest

3.1.2. DD11

Bei dem Stahl DD11 handelt es sich um einen warmgewalzten, unlegierten Qualitätsstahl zum Kaltumformen. Eine frühere Bezeichnung für DD11 lautete StW22, die Werkstoffnummer ist 1.0332. Die chemische Zusammensetzung des Stahles nach EN 10111 ist in Tabelle 2 angegeben, eine exakte Bestimmung der chemischen Zusammensetzung mittels Funkenspektrometer wurde nicht vorgenommen. Die untere Streckgrenze R_{el} liegt zwischen 170 und 350 MPa, die Zugfestigkeit R_m bei maximal 440 MPa.

Tabelle 2: Chemische Zusammensetzung von DD11 in Gew% nach [Wegst, 1998]

C	Mn	P	S	N	Fe
$\leq 0,1$	0,1-0,45	0,035	0,035	0,007	Rest

3.1.3. ZStE 340

ZStE 340 (Werkstoffnummer 1.0548) ist ein kaltgewalzter, niedriglegierter Stahl mit höherer Streckgrenze. Die chemische Zusammensetzung nach [Wegst, 1998] ist in Tabelle 3 angegeben.

Tabelle 3: Chemische Zusammensetzung von ZStE 340 in Gew% [Wegst, 1998]

C	Si	Mn	P	S	Al	Ti	Nb	Fe
≤ 0,1	≤ 0,5	≤ 1,00	0,03	0,03	≤ 0,015	≤ 0,22	≤ 0,09	Rest

3.2. Fertigungsverfahren

3.2.1. Spaltprofilieren

Der Prozess des Spaltprofilierens wurde am Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen der TU Darmstadt durchgeführt. Als Halbzeug diente ein ebenes Blech der Dicke 2 mm. Coilmaterial aus ZStE 500 sowie aus ZStE 340 wurde im kontinuierlichen Betrieb beidseitig spaltprofiliert. Das Blech durchlief insgesamt 10 Stiche mit einer inkrementellen Spalttiefe y_{ink} von 2 mm. Die sich bildenden Flansche besitzen eine Dicke von 1 mm. Abb. 31 zeigt exemplarisch ein beidseitig spaltprofiliertes Bauteil mit der zugehörigen Nomenklatur.

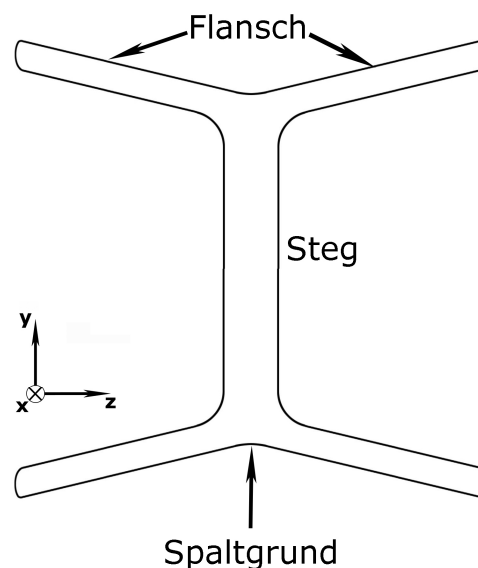


Abb. 31: Beidseitig spaltprofiliertes Profil

3.2.2. Spaltbiegen

Das Spaltbiegen wurde ebenfalls am Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen der TU Darmstadt durchgeführt. Als Halbzeug diente ein um 90° vorgebogenes DD11 Blech der Dicke 6 mm. Die Herstellung der spaltgebogenen Profile erfolgte im Reversierbetrieb in 25 Stichen, mit einer inkrementellen Zustelltiefe y_{ink} von 1 mm. Abb. 32 zeigt schematisch ein spaltgebogenes Bauteil mit den zugehörigen Bezeichnungen.

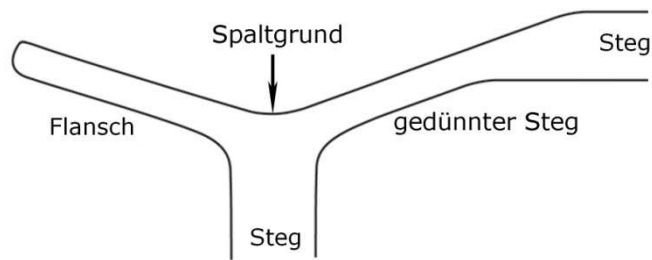


Abb. 32: Spaltbiegeprofil

3.3. Randschichtmodifikation

3.3.1. Plasmanitrieren

Das Plasmanitrieren erfolgte durch die Firma Oerlikon Balzers Coating Germany GmbH. Die Spaltprofile sowie Coilmaterial (ZStE 500) wurden bei Temperaturen von 300°C, 400°C und 500°C für jeweils 10 Stunden nitriert. Eine Erhöhung der Nitrierdauer von 10 auf 30 Stunden erfolgte bei Nitriertemperaturen von 300°C und 500°C. Das Plasmanitrieren fand für alle Chargen unter gleichen Bedingungen statt. Vor dem Plasmanitrieren wurden die Probenoberflächen durch Sputtern mit Argon gereinigt. Die Nitrieratmosphäre setzte sich aus einem Gemisch aus N_2 und H_2 zusammen, der Kammerdruck betrug 2 mbar. Das Plasmanitrieren erfolgte gepulst.

3.3.2. Kugelstrahlen

Spaltbiegeprofile sowie Platinenmaterial aus DD11 wurde am Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik der TU Clausthal mit der Druckstrahlmethode kugelgestrahlt. Als Strahlmittel wurde SCCW14 (0,355 mm Durchmesser) verwendet. Hierbei handelt es sich um arrondierte Drahtkörner aus ferritischem Stahl, ihre Härte liegt bei ca. 610 HV1. Zur Herstellung von SCCW14 wird ein Stahldraht gleichmäßig zerteilt, sodass die Länge der Drahtstücke ihrem Durchmesser entspricht. Diese Drahtstücke werden auf eine Hartmetallplatte beschleunigt, um eine Abrundung der Kanten zu erreichen und möglichst runde Drahtkörner herzustellen.

Um eine möglichst homogen kugelgestrahlte Fläche zu erhalten, wurden die Spaltbiegeprofile nicht im Ganzen kugelgestrahlt. Der gedünnte Steg wurde aus den Profilen herausgetrennt und von der Unterseite ausgehend auf eine gleichmäßige Probendicke von 3 mm gedünnt. Das Platinenmaterial wurde vor dem Kugelstrahlen ebenfalls auf 3 mm gedünnt, um bei den später anschließenden Ermüdungsexperimenten ein gleiches Prüfvolumen zu gewährleisten.

Die so vorbereiteten Proben wurden während des Kugelstrahlens unter die Düse gelegt und von Hand bewegt. Der Abstand zwischen Düse und Probe betrug 90 mm. DD11 Platinenmaterial sowie der gedünnte Steg der Spaltbiegeprofile wurde bei Strahldrücken von 1, 2, 3, 4 und 5 bar jeweils für 240 Sekunden kugelgestrahlt. Hierbei wurden die Proben während des Strahlvorganges im 10 Sekunden Rhythmus um 180° gedreht, um einem möglichen Verzug der Proben entgegenzuwirken. Die Probenseite sowie die Probenunterseite wurden also 12-mal für jeweils 10 Sekunden kugelgestrahlt.

Um eine Segmentierung der pancake-förmigen Körner in UFG Gefügen zu erreichen, wurden zwei weitere Chargen des gedünnten Stegs mit extremeren Kugelstrahlparametern gestrahlt. Hierzu wurde eine Charge mit einem Strahldruck von 5 bar für eine Dauer von 20 Minuten pro Probenseite mit SCCW14 kugelgestrahlt. Eine weitere Charge wurde bei 5 bar Strahldruck und einer Strahldauer von 120 Sekunden pro Probenseite mit größerem Strahlmittel (S330, Durchmesser 0,8 mm) kugelgestrahlt.

3.4. Wärmebehandlungen

Die Wärmebehandlungen an Spaltprofilen und Coilmaterial wurden an einem Dreizonen-Rohrofen in waagrechter Anordnung unter Schutzgas (Argon) durchgeführt. Die Proben wurden in Härtefolie eingewickelt, um sie zusätzlich vor dem Kontakt mit Sauerstoff zu schützen, und in einen verschiebbaren Al_2O_3 -Tiegel gegeben, an welchem zur Temperaturkontrolle ein Pt/Ru-Pt-Thermoelement angebracht war. Während des Aufheizvorganges befanden sich die Proben an dem äußeren Ende des Rohrofens; bei einer Ofentemperatur von 500°C betrug die Temperatur am Ofenende ca. 70°C. Sobald sich die gewünschte Temperatur in der Ofenmitte eingestellt hatte, wurden die Proben in der Ofenmitte platziert. Nach Beendigung der Glühbehandlung wurden die Proben zum Auskühlen wieder am Ende des Rohrofens positioniert. Die Abkühlung der Proben erfolgte ohne Schutzgas.

Es wurden Wärmebehandlungen bei 400°C für 10 Stunden, 500°C für 5 bzw. 10 Stunden sowie bei 600°C für 5 Stunden durchgeführt. Die Aufheizdauer wurde nicht in die Glühdauer mit eingerechnet.

3.5. Elektrolytisches Polieren

Um den Einfluss von Rauigkeit und Druckeigenspannungen auf das Ermüdungsverhalten kugelgestrahlter UFG Gefüge separieren zu können, wurden die mit 4 bar Strahldruck kugelgestrahlten Biegestäbchen aus dem gedünnten Steg von DD11 Spaltbiegeprofilen elektrolytisch poliert.

Die Biegestäbchen wurden zusammen mit einem Kupferlitzendraht zur elektrischen Kontaktierung in einen Schrumpfschlauch gegeben. Die kugelgestrahlten Flächen wurden freigeschnitten (siehe Abb. 33). Hierbei musste darauf geachtet werden, dass der Cu-Draht nicht freigelegt wurde. Das elektrolytische Polieren fand nur im Bereich der freigeschnittenen Flächen statt, zum Rand der Biegestäbchen hin ergab sich hierdurch ein Dickenunterschied. Da der nicht polierte Randbereich sich während der Ermüdungsversuche außerhalb der Auflagerpunkte der 3-Punkt-Biegebelastung befand, beeinflusste dies nicht die Ermüdungsergebnisse.

Der Elektrolyt setzte sich aus Ethanol (70 Vol%), destilliertem Wasser (12 Vol%), Butoxydiglukol (10 Vol%) und Perchlorsäure (8 Vol%) zusammen. Die Proben wurden in den Elektrolyten getaucht und rotiert. Der Elektrolyt wurde mithilfe eines Magnetrührers bewegt und durch einen Cryostaten auf -13°C gekühlt. Zwischen den Proben und einer V2A-Kathode wurde eine elektrische Spannung von 19 V angelegt. Es wurde gepulst elektrolytisch poliert mit $t_{\text{on}} = 80\text{ s}$ und $t_{\text{off}} = 10\text{ s}$ für eine Dauer von ca. 20 Minuten.

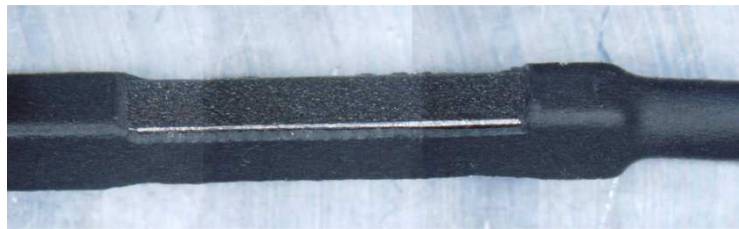


Abb. 33: Probe für das elektrolytische Polieren, kugelgestrahltes Biegestäbchen in Schrumpfschlauch

3.6. Gefügecharakterisierung

3.6.1. Metallographische Präparation

Zur Herstellung metallographischer Schliffe wurden die Profile bzw. das Platinen- und Coilmaterial von Hand mittels Bügelsäge bzw. mithilfe einer Präzisionssäge IsoMet 1000 (*Buehler*) getrennt. Für lichtmikroskopische sowie rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen wurden Quer- Längs- und Flachschliffe (Abb. 34) der Proben kalt in Specifix Resin (*Struers*) eingebettet. Um die Spaltbildung zwischen Probe und Einbettmittel zu minimieren, wurden die Proben zuvor in Härterflüssigkeit (Specifix 20 Curing Aging) gebadet. Für Härtemessungen wurden die Proben in Bakelit (WEM Phenol), für EBSD Messungen in Bakelit mit Graphitzusatz (WEM REM) mithilfe einer Predopress (*Struers*) bei 180°C warm eingebettet.

Anschließend wurden die eingebetteten Proben auf SiC-Papier mit abnehmender Körnung (320, 500, 800, 1000, 2500, 4000) manuell bzw. mithilfe einer halbautomatischen Schleif- und Poliermaschine des Typs Phoenix 4000 (*Jean Wirtz*) nass geschliffen. Zwischen den einzelnen Schleifschritten wurden die Proben unter fließendem Wasser abgespült. Das Polieren erfolgte manuell mithilfe von Diamantsuspensionen der Körnungen 3 μm , 1 μm und 0,25 μm . Nach jedem Polierschritt wurden die Proben unter fließendem Wasser sowie mit Ethanol gereinigt.

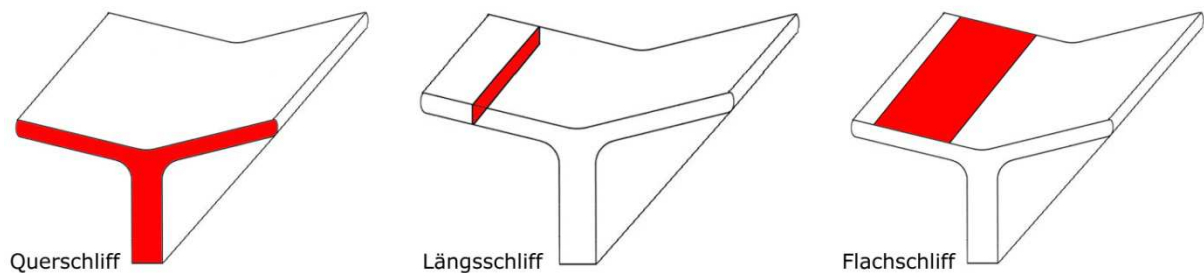


Abb. 34: Schliffrichtungen im Spaltprofil

Zur Gefügekontrastierung wurden die Schliffe mithilfe von 2%iger Nital-Lösung (HNO_3 in Ethanol) bei Raumtemperatur geätzt. Für unbehandelte Profile lag die Ätzdauer bei ca. 10 Sekunden, für nitrierte Proben bei bis zu 3 Minuten. Zusätzlich erfolgten Pikrat-Ätzungen (2 g Pikrinsäure, 25 g NaOH, 100 ml destilliertes Wasser) der Probenquerschliffe.

Für EBSD-Messungen ist eine hohe Oberflächenqualität der Proben erforderlich. Dem Polieren bis 0,25 μm schloss sich daher ein weiterer Präparationsschritt an. Im Anschluss an das Polieren wurden die Proben auf einem Vibrations-Poliergerät (*Jean Wirtz*) mit 50 nm-Mischoxidsuspension (Masterpolish von *Buehler*) für ca. 2 Stunden poliert. Die Suspension ist leicht basisch (pH Wert 9) und enthält SiO_2 - sowie Al_2O_3 -Partikel. Für die Präparation mittels Vibrations-Poliergerät wurde ein Polierruch des Typs Microcloth der Firma *Buehler* auf die Vibrations-Poliermaschine aufgeklebt und die Suspension auf das Polierruch gegeben. Die Proben wurden mit Silberleitpaste auf Probenteller aus Aluminium geklebt, mit einem Gewicht beschwert und auf die Suspension gelegt. Durch die Vibration der Poliermaschine bewegten sich die Proben auf der Suspension. Dadurch erfolgte ein abrasiver Abtrag durch die SiO_2 - und Al_2O_3 -Partikel, sowie ein chemischer Ätzvorgang, welcher zu einer Reduktion der durch den abrasiven Abtrag im Oberflächenbereich der Probe eingebrachten Kaltverfestigung führte.

3.6.2. Mikroskopie

Lichtmikroskopische Gefügaufnahmen wurden an einem Auflichtmikroskop Axiophot (Zeiss) mit angeschlossener Digitalkamera durchgeführt. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen wurden an einem DSM 962 (Zeiss) mit Wolframkathode sowie einem hochauflösendem Rasterelektronenmikroskop (FEI Quanta 200 F) mit Feldemissionskathode bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV vorgenommen.

Da UFG Gefüge lichtmikroskopisch nicht auflösbar sind, wurde zur Korngrößenbestimmung sowie zur Auflösung der Zusammensetzung der Verbindungsschichten die Methode der Electron Backscatter Diffraction (EBSD) herangezogen. Hierbei wird der Elektronenstrahl an Netzebenen einer um 70° verkippten kristallinen Probe elastisch gebeugt und erzeugt auf der Detektorebene Kikuchilinen (siehe Abb. 35). Der Elektronenstrahl rastert über die Probe, wobei an jedem gerasterten Punkt ein Beugungsbild aufgenommen wird.

Anhand der Kikuchilinen kann die Struktur und die Orientierung des im Fokus liegenden Punktes durch den Vergleich mit Strukturdatenbanken bestimmt werden. Das Zusammenführen der Ergebnisse aller gerasterten Punkte ergibt die Orientierungsverteilung und Struktur des gemessenen Probenbereichs.

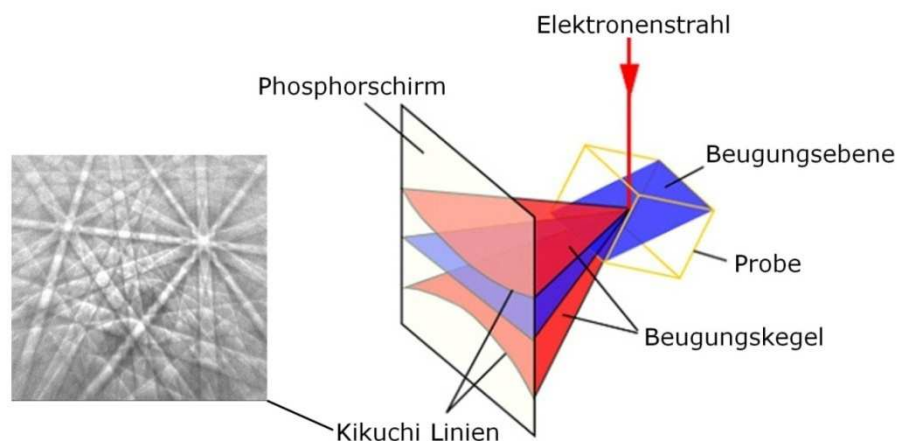


Abb. 35: Prinzip einer EBSD-Messung [De Kloe, 2007]

EBSD-Messungen wurden an einem hochauflösenden XL30-FEG (Philips) mit Feldemissionskathode und angeschlossenem EBSD-System (EDAX TSL) durchgeführt. Die Beschleunigungsspannung betrug 20-25 kV. Die Datenerfassung erfolgte durch die Software TSL OIM Data Collection 6, die Auswertung mithilfe TSL OIM Analysis 6. Die Orientierungsauflösung wurde in der Software auf 2° eingestellt, sodass benachbarte Punkte mit einer Fehlorientierung > 2° durch eine Korngrenze getrennt werden. Ein Korn ist somit als ein Bereich definiert, an dessen Grenzen zu den Nachbarkörnern eine Verkipfung von mindestens 2° vorliegt. Alle Messungen wurden einem Clean-Up Prozess unterzogen, bei dem schlecht indizierte Datenpunkte über angrenzende, sicher indizierte Datenpunkte angeglichen werden oder, falls eine Angleichung an Nachbarpunkte nicht möglich ist, herausgefiltert werden.

Für alle Messungen wurden die folgenden drei Schritte durchgeführt: Grain Standardization, Neighbour Orientation Correlation (clean up level 3), Neighbour CI Correlation.

Die Ergebnisse der EBSD-Messungen lassen sich auf verschiedene Weisen darstellen. In der vorliegenden Arbeit wird die Zusammensetzung von Verbindungsschichten durch eine farbliche Trennung einzelner Phasen deutlich gemacht (Abb. 36, rechts). Um die Korngrenzen innerhalb einzelner Phasen zu zeigen, wurden Großwinkelkorngrenzen ($> 15^\circ$) in Form von schwarze Linien in die Farbdarstellung integriert. Zur Abbildung der Gefügemorphologie wurde die IPF-Darstellung gewählt (Inverse Pole Figure), wobei zur besseren Abbildung der Korngrenzen Großwinkelkorngrenzen durch schwarze Linien, Kleinwinkelkorngrenzen (2° - 15°) durch weiße Linien dargestellt sind (Abb. 36, links).

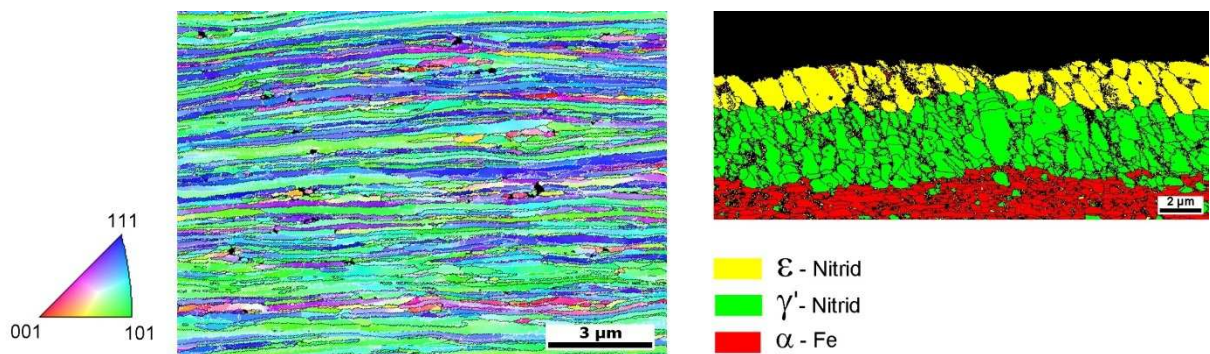


Abb. 36: IPF-Darstellung eines UFG Gefüges (links), Darstellung einer Verbindungsschicht (rechts)

3.6.3. Gefügeanalyse

Die Korngrößen des Ausgangsmaterials wurden an lichtmikroskopischen Gefügeaufnahmen mithilfe des Linienschnittverfahrens bestimmt. Hierzu wurde das Programm Lince 2.4.2ß verwendet.

Die Korngröße im Bereich des UFG Gefüges kann lichtmikroskopisch nicht bestimmt werden, deshalb wurden hierfür EBSD-Messungen herangezogen. Es wurde jeweils die flächenbezogene Korngröße, die pancake-Dicke (siehe Abb. 37) sowie das Aspektverhältnis an Querschliffen der Profile mithilfe der Software TSL OIM Analysis bestimmt. Für die Berechnung der flächenbezogenen Korngröße wird hierbei für jedes Korn der Durchmesser eines globularen Korns äquivalenter Fläche berechnet und anschließend ein Mittelwert gebildet. Die Bestimmung der pancake-Dicke erfolgt über ein in die Software integriertes Linienschnittverfahren. Das Aspektverhältnis berechnet sich aus dem Mittelwert des Quotienten von maximalen zu minimalen Kornabmessungen der einzelnen Körner.

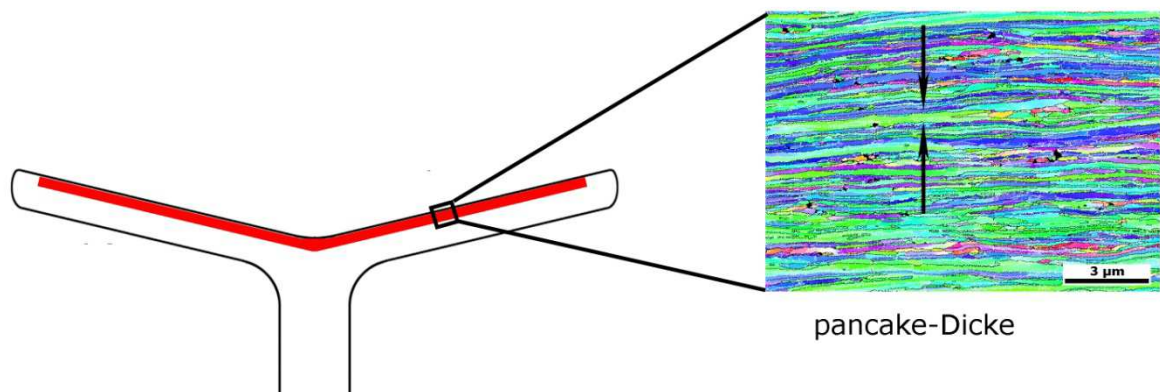


Abb. 37: Spaltprofil im Querschliff, pancake-Dicke im Bereich des UFG Gefüges

3.7. Eigenspannungsmessungen

Die durch das Nitrieren verursachten Eigenspannungen wurden mithilfe der Bohrlochmethode an Spaltprofilen sowie Coilmaterial aus ZStE 500 bestimmt. Hierfür wurde ein Gerät der Firma *SINT Technology* vom Typ RESTAN MTS 3000 verwendet. Der Bohrerdurchmesser betrug 1,8 mm, die Vorschubgeschwindigkeit 0,2 mm/min und der Druck der Bohrturbine 3,5 bar. Die Eigenspannungen wurden im Flansch der Spaltprofile in Blechvorschubrichtung sowie senkrecht dazu, d.h. in Richtung der Flanschspitzen, gemessen (analog zu Abb. 38). Die Berechnung der Eigenspannungsverteilung aus den gemessenen Dehnungen erfolgte nach der Methode von Kockelmann. Hierbei wurde ein E-Modul von 210 GPa und eine Poisson'sche Zahl von 0,3 angenommen. Der Eigenspannungszustand wurde im unbehandelten Zustand sowie nach dem Nitrieren bei 300°C bzw. 500°C für 10 h bzw. 30 h Nitrierdauer gemessen.

Eigenspannungsmessungen an kugelgestrahlten DD11 Spaltbiegeprofilen wurden am Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik der TU Clausthal mittels Bohrlochmethode durchgeführt. Aus Spaltbiegeprofilen wurde der gedünnte Steg herausgetrennt und im ungestrahlten sowie im kugelgestrahlten Zustand (1, 4 und 5 bar Strahldruck) auf Eigenspannungen hin untersucht. Die Eigenspannungsmessungen erfolgten mit einem Gerät von MTU. Der Bohrerdurchmesser betrug 1,9 mm, der Druck der Bohrturbine 3,5 bar. Die Eigenspannungen wurden in Blechvorschubrichtung sowie senkrecht dazu, d.h. in Richtung der Flanschspitzen, bestimmt (Abb. 38). Die Auswertung erfolgte mittels Differential Methode mithilfe der Software ES-Messung (Version 6.1). Die an der TU Clausthal verwendeten Parameter wichen mit einem E-Modul von 200 GPa und einer Poisson'sche Zahl von 0,29 leicht von den an der TU Darmstadt verwendeten Parametern ab.

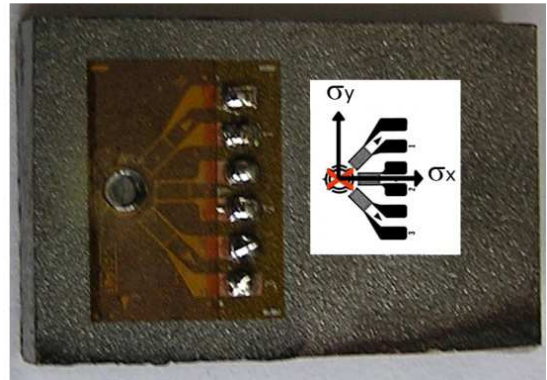
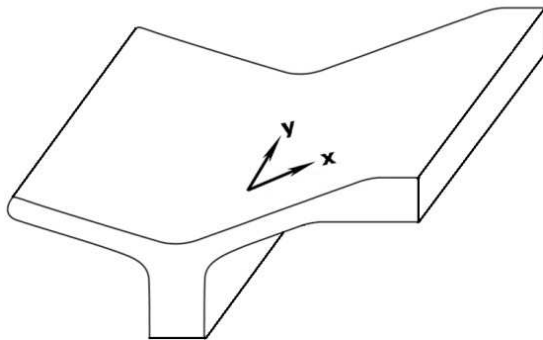


Abb. 38: Eigenspannungsmessungen an Spaltbiegeprofilen

3.8. Rauigkeitsmessungen

Kugelstrahlen sowie Nitrieren führt zu einer Änderung der Oberflächenrauigkeit. Um diese zu quantifizieren wurden Rauigkeitsmessungen mithilfe eines Laserscanningmikroskops OLS4000 der Firma *Olympus* nach ISO 4288 durchgeführt. Die Bestimmung der Rauigkeit erfolgte über eine Linienmessung, die Messlänge wurde hierbei nach ISO 4288 festgelegt.

Rauigkeitsmessungen wurden an DD11 Platinenmaterial sowie im gedünnten Steg der Spaltbiegeprofile durchgeführt, es wurden alle kugelgestrahlten Zustände sowie der ungestrahlte Zustand gemessen. Die Rauigkeit von Spaltprofilen aus ZStE 500 wurde an Flansch und Coilmaterial bestimmt. Hierbei wurde jeweils der unbehandelte, der wärmebehandelte (500°C 10 h) sowie der nitrierte Zustand (500°C 10 h) betrachtet.

3.9. Mechanische Werkstoffcharakterisierung

3.9.1. Härtemessungen

Härtemessungen wurden nach Vickers an einem *Zwick Roell ZHμ* Härteprüfer durchgeführt. Das Prüfgewicht betrug 50 g (HV0,05) und wirkte für 10 Sekunden auf die Probe ein. Die resultierenden Eindrücke besaßen eine Diagonale $< 25 \mu\text{m}$, so dass Messungen mit guter Ortsauflösung sowie nahe der Probenoberfläche durchgeführt werden konnten.

Die Härte von ZStE 500 Coilmaterial bzw. DD11 Platinenmaterial wurde im Quer- und Längsschliff durch Härteverläufe über die Blechdicke bestimmt.

Zur Charakterisierung der nitrierten bzw. kugelgestrahlten Zustände wurden Härteverläufe an Querschliffen von Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen aufgenommen. Es wurde im Bereich des UFG Gefüges im Flansch bzw. im gedünnten Steg, ausgehend von der gespaltenen Oberfläche, senkrecht in die Tiefe gemessen (siehe Abb. 39, a und b). Zusätzlich wurde die Härte über die Stegdicke bestimmt (Abb. 39a). Alle Verläufe wurden vierfach gemessen und anschließend ein Mittelwert gebildet.

Die Härte ermüdeter Biegestäbchen aus DD11 bzw. ZStE 500 wurde an längs eingebetteten Biegestäbchen, ausgehend vom Risspfad des Ermüdungsrisse, parallel zur gespaltenen Oberfläche durchgeführt (siehe Abb. 39c). Die Messungen erfolgten in 50 μm und 100 μm Tiefe. Vergleichende Messungen wurden an nicht ermüdetem Material im Längsschliff vorgenommen. Alle Verläufe wurden dreifach gemessen und anschließend ein Mittelwert gebildet.

Die Härte der Verbindungsschicht wurde an Profilquerschliffen mithilfe des *Zwick Roell ZH μ* Härteprüfers sowie eines Nanoindenters vom Typ Fisherscope H100 (*Fischer*) mit einer Last von 50 g bestimmt.

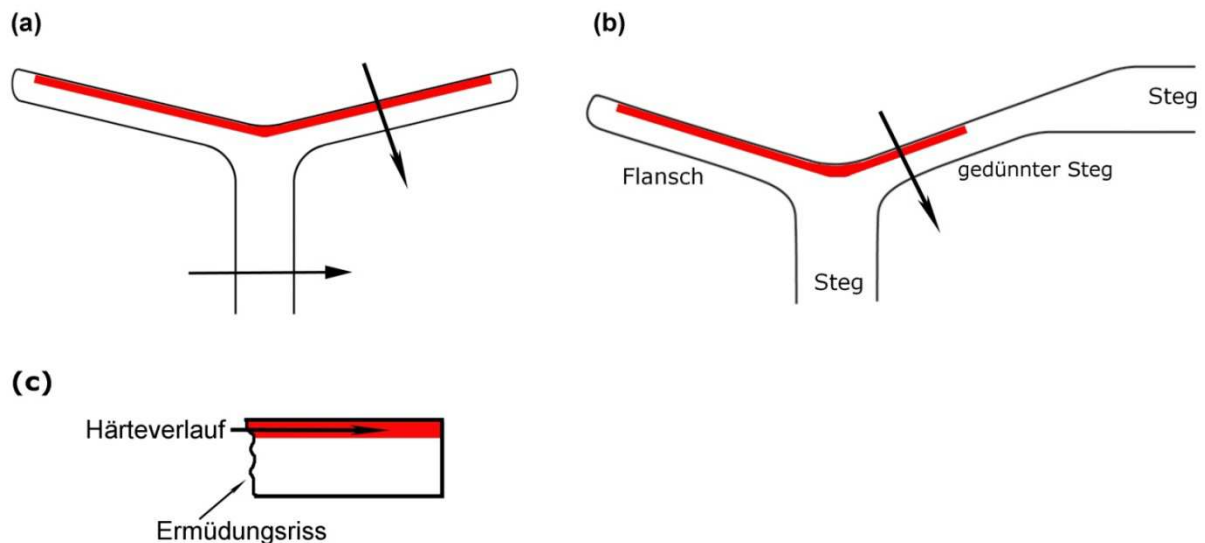


Abb. 39: Härteverläufe an Spaltprofilen (a), Spaltbiegeprofilen (b) und ermüdeten Biegestäbchen (c)

3.9.2. Zugversuche

Zugversuche wurden an nitrierten (500°C 10 h bzw. 30 h) sowie unbehandelten Spaltprofilen aus ZStE 500 durchgeführt. Es wurden Flachzugproben getestet, welche aus dem Flansch (Abb. 40, schwarz unterlegt) bzw. aus dem Steg (Abb. 40, rot unterlegt) eines Spaltprofils entnommen wurden. Die Abmessungen der Flachzugproben sind Abb. 40 zu entnehmen. Die Flachzugproben aus dem Flansch des Spaltprofils wurden ausgehend von der Flanschunterseite auf eine Dicke von 0,8 mm gedünnt. Zur Charakterisierung des nitrierten Zustandes wurden zunächst Flachzugproben aus dem Flansch- bzw. Stegmaterial gefertigt und anschließend nitriert.

Die Flachzugproben wurden an einer elektromechanischen Universalprüfmaschine vom Typ *Instron* 5569 durchgeführt. Die Proben wurden mit einer jeweils konstanten Traversengeschwindigkeit (Anfangsdehnrage $8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) bis zum Bruch belastet.

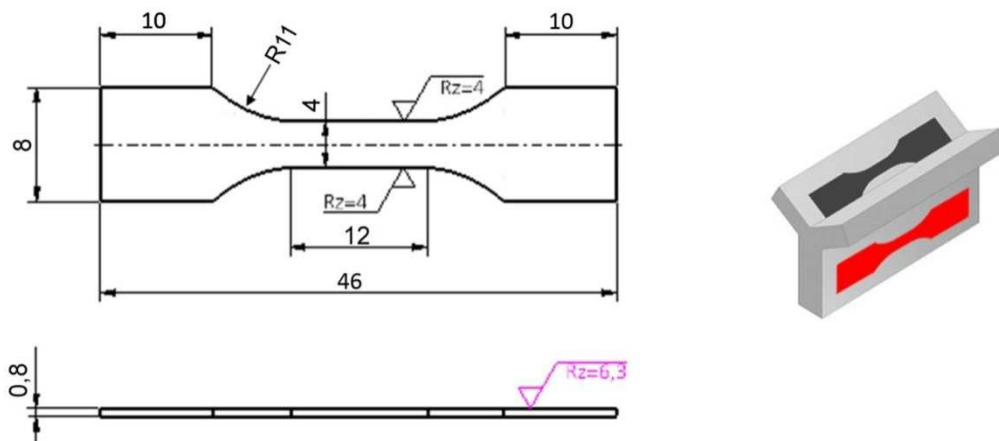


Abb. 40: Flachzugproben

3.9.3. Ermüdung

Die Ermüdungseigenschaften nitrierter bzw. kugelgestrahlter UFG Gefüge in Spaltprofilen bzw. Spaltbiegeprofilen wurden durch Ermüdungsexperimente unter 3-Punkt-Biegebelastung untersucht (Abb. 41). Als Referenz zu den nitrierten Proben wurde der unbehandelte Zustand sowie der wärmebehandelte Zustand ebenfalls untersucht. Im Fall der kugelgestrahlten Proben wurde der ungestrahlte Zustand als Referenz untersucht.

Hierfür wurden Biegeproben in Blechvorschubrichtung aus den Flanschen von Spaltprofilen bzw. dem Coilmaterial (0,8 mm x 3 mm x 25 mm) sowie aus dem gedünnten Steg von Spaltbiegeprofilen bzw. Platinenmaterial (3 mm x 3 mm x 25 mm) entnommen. Die Kanten der Biegeproben wurden manuell mit Schleifpapier entgratet (4000er Körnung). Um Reibungseffekte an den Kontaktstellen zwischen Probe und

Auflagern zu minimieren, wurden die Proben mit Teflonband umwickelt. Der Bereich des UFG Gefüges befand sich während der zyklischen Belastung im Bereich der maximalen Zugspannungen.

Die Ermüdungsexperimente wurden an einer servohydraulischen Prüfmaschine vom Typ PSB 63 (Schenck) mit einer sinusförmigen Belastung unter Kraftregelung durchgeführt. Die Belastungsfrequenz betrug 30 Hz, das Spannungsverhältnis $R = 0,2$. Als Abbruchkriterium wurde ein Unterschreiten der Maximalkraft um 50 % gegenüber dem Sollwert festgelegt. Bei dauerhaftem Verhalten stoppte der Test nach 10^7 Lastwechseln.

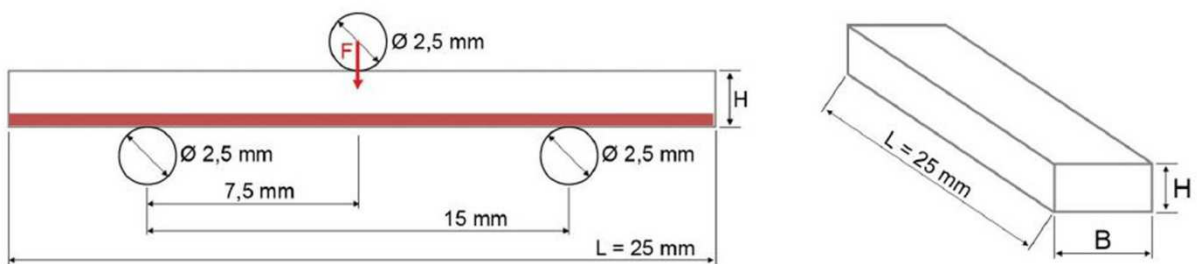


Abb. 41: Schematische Darstellung der 3-Punkt-Biegevorrichtung [Bruder, 2011], roter Bereich: UFG Gefüge

3.10. Wälzverschleiß

Die Wälzbeanspruchung wurde am Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF am Innovativen Prüfstand für WälzfestigkeitsAnwendungen (IWAn, siehe Abb. 42) an unbehandelten sowie nitrierten (500°C 30 h) Spaltprofilen aus ZStE 340 durchgeführt.

Für die Durchführung der Wälzverschleißuntersuchungen wurde ein ca. 90 cm langes, einseitig spaltprofiliertes Blech verwendet, bei welchem einer der beiden Flansche abgetrennt wurde. Das so vorbereitete Profil wurde auf einem Schlitten befestigt. Durch die oszillierende Bewegung des Schlittens fand eine Belastung des Profils durch zwei ortsfeste Wälzkörper statt. Aufgrund der im Prüfaufbau enthaltenen zwei Wälzkörper entsprach ein einfacher Überrollweg zwei Überrollungen. Eine konstante Belastung der Profile erfolgte ausschließlich im mittleren Bereich des Profils, da im vorderen bzw. im hinteren Drittel der Profile eine Beschleunigung bzw. das Abbremsen des Schlittens stattfand.

Während der Wälzverschleißuntersuchungen wurden die Profile mit einer Kraft von 1 kN belastet, die Kraft wurde nur innerhalb des mittleren Drittels der Profile aufgebracht. Die Geschwindigkeit des Schlittens in diesem Bereich betrug 1 m/s.

Die verwendeten Wälzkörper bestanden aus Stahl mit gehärteter Oberfläche. Die Oberflächenhärte belief sich dabei auf 58-62 HRC (Rockwellhärte) bei einer Einhärtetiefe von 1,5 mm. Der Durchmesser der bombierten Rollen betrug 60 mm, die Oberflächenkrümmung wies einen Radius von 164,5 mm auf. Während der Beanspruchung wurde keine aktive Kühlung und kein Schmierstoff verwendet. Die Versuche wurden mit ca. 0,1 % Schlupf durchgeführt.

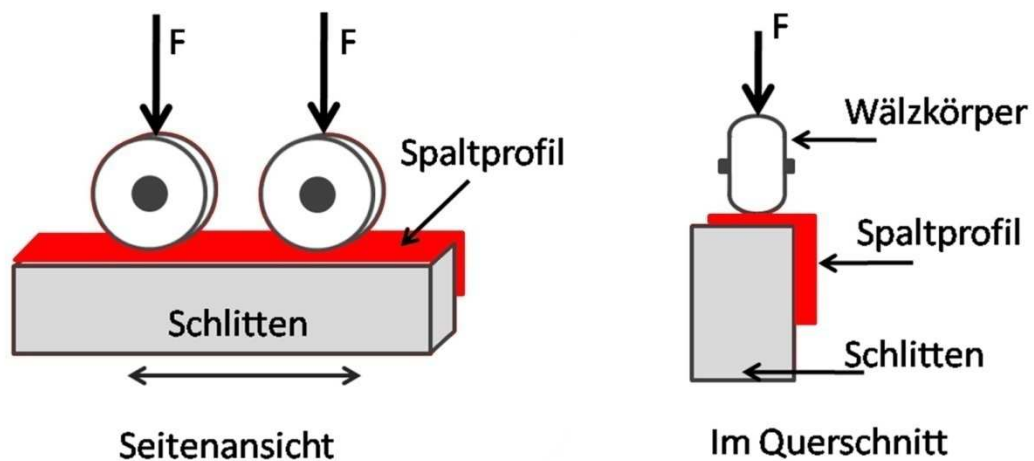
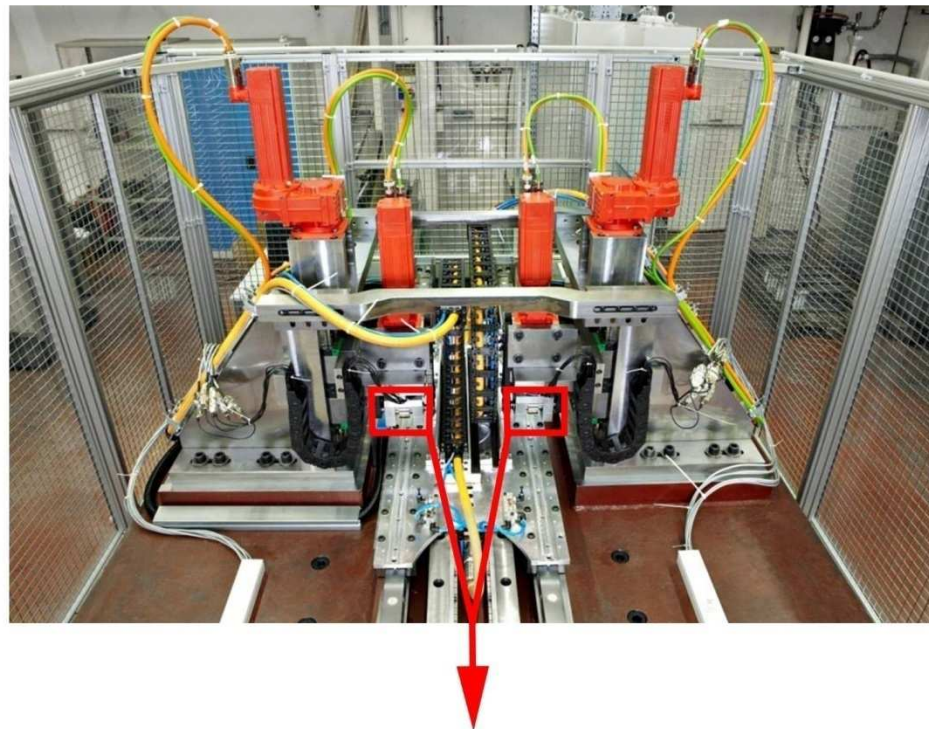


Abb. 42: Wälzverschleißprüfstand [Müggenburg, 2012]

4. Ergebnisse

4.1. Plasmanitrieren

4.1.1. Gefüge

ZStE 500 im Anlieferungszustand (Coilmaterial)

Der mikrolegierten Stahl ZStE 500 besitzt ein ferritisches Gefüge mit Zementitausscheidungen, welche bevorzugt an den Korngrenzen des Ferrits vorliegen. Die Ferritkorngröße wurde lichtmikroskopisch mithilfe des Linienschnittverfahrens zu $5\text{ }\mu\text{m}$ in Walzrichtung und zu $3\text{ }\mu\text{m}$ senkrecht dazu bestimmt (Abb. 43).

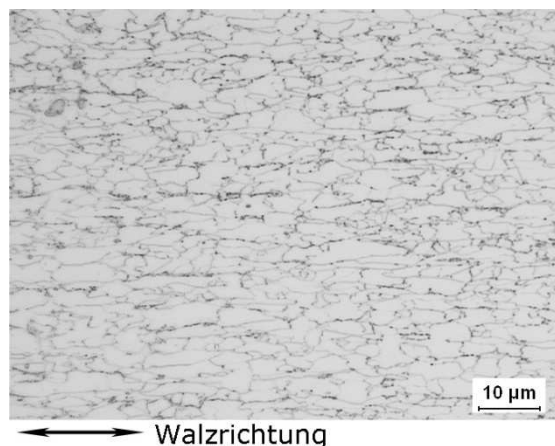


Abb. 43: Lichtmikroskopische Gefügaufnahme, ZStE 500 im Anlieferungszustand

ZStE 500 Spaltprofil

Durch das Spaltprofilieren nimmt die Korngröße in den Bereichen höchster Umformgrade, d.h. im Bereich der Flanschoberseiten, auf lichtmikroskopisch nicht mehr auflösbare Korngrößen ab. Dennoch ist eine Streckung des Gefüges in Fließrichtung zu erkennen (Abb. 44, links). Durch EBSD Messungen kann das UFG Gefüge mit ausreichender Vergrößerung dargestellt werden (Abb. 44, rechts).

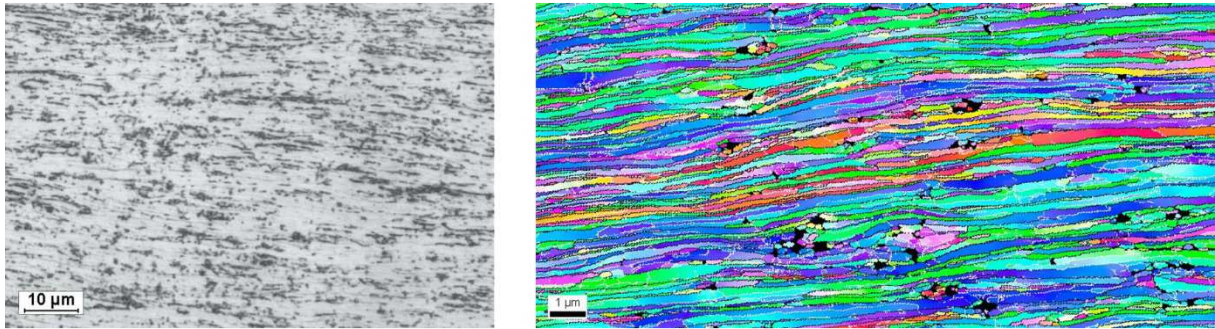


Abb. 44: ZStE 500 Spaltprofil, UFG Gefüge in 100 µm Abstand zur gespaltenen Oberfläche lichtmikroskopisch (links) sowie mittels EBSD (rechts) dargestellt.

In Spaltprofilen liegt ein Gefügegradient über die Flanschdicke hinweg vor. Die UFG Gefüge in Spaltprofilen aus ZStE 500 liegen bis in Tiefen von ca. 300 µm vor, mit zunehmendem Abstand zur Flanschoberseite werden die Körner gröber und gleichachsiger und das UFG Gefüge geht in ein kaltverfestigtes Gefüge über. Die in Spaltprofilen vorliegenden UFG Gefüge weisen eine pancake-förmige Kornform auf (siehe Abschnitt 3.3.4.).

In der vorliegenden Arbeit wurden für die unterschiedlich behandelten Probenzustände jeweils die Gefügeabmessungen in 50 µm und 100 µm Abstand zur Flanschoberseite (UFG Gefüge) bzw. zur Flanschunterseite (kaltverfestigtes Gefüge) an Profilquerschliffen bestimmt. Für Spaltprofile aus ZStE 500 sind die pancake-Dicke, die flächenbezogene Korngröße sowie das Aspektverhältnis (nähere Erläuterung hierzu siehe Abschnitt 4.6.3.) für den unbehandelten Zustand in Tabelle 4 angegeben.

Tabelle 4: ZStE 500 Spaltprofil; pancake-Dicke, flächenbezogene Korngröße und Aspektverhältnis des UFG Gefüges sowie des kaltverfestigten Gefüges in 50 µm bzw. 100 µm Tiefe

	pancake-Dicke [µm]	flächenbezogene Korngröße [µm]	Aspekt- verhältnis
50µm Tiefe, UFG Gefüge	0,09	0,63	8
100µm Tiefe, UFG Gefüge	0,12	0,67	9
50µm Tiefe, kaltverfestigtes Gefüge	0,14	1,03	3
100µm Tiefe, kaltverfestigtes Gefüge	0,19	1,09	3

Verbindungsschicht

Verbindungsschichtdicke

Plasmanitrieren von Spaltprofilen bei geringer Nitriertemperatur (300°C) führt nicht in allen Gefügebereichen zu der Ausbildung einer geschlossenen Verbindungsschicht. Während sich an der Flanschoberseite, im Bereich des UFG Gefüges, nach 10-stündigem Nitrieren bei 300°C bereits eine geschlossene Verbindungsschicht von ca. 0,8 μm Dicke ausbildet, liegt weder an der Flanschunterseite noch im Steg eine geschlossene Schicht vor (Abb. 45 oben; Tabelle 5). Sowohl im kaltverfestigten Gefüge als auch im unverformten Stegmaterial bilden sich an den Oberflächen einzelne Nitridausscheidungen, die jedoch nicht zu einer geschlossenen Schicht zusammengewachsen sind. Auch eine längere Nitrierdauer (30 Stunden) führt nicht zu der Ausbildung geschlossener Verbindungsschichten an der Flanschunterseite des Spaltprofils oder in Steg (Tabelle 5).

Eine Nitriertemperatur von 400°C führt nach einer Nitrierdauer von 10 Stunden zu geschlossenen Verbindungsschichten im Bereich des UFG Gefüges, im kaltverfestigten Gefüge und im unverformten Stegmaterial. Die Schicht ist im UFG Bereich gleichmäßiger und etwas dicker als in den anderen Gefügebereichen (2,2 μm im Vergleich zu 1,5-2 μm ; Tabelle 5). An der Flanschunterseite sowie im Steg sind die Dickenschwankungen in der Verbindungsschicht deutlich ausgeprägter als im Bereich des UFG Gefüges an der Flanschoberseite.

Plasmanitrieren von Spaltprofilen bei 500°C führt zur Ausbildung einer geschlossenen Verbindungsschicht an Flanschoberseite (UFG Gefüge), Flanschunterseite (kaltverfestigtes Gefüge) und im Steg (unverformtes Ausgangsmaterial) (Abb. 45 unten; Tabelle 5). Nach einer Nitrierdauer von 10 Stunden sind die sich ausbildenden Verbindungsschichten im Bereich des UFG Gefüges mit ca. 5 μm etwas dicker als im kaltverfestigten Gefüge (ca. 4 μm) und im Ausgangsgefüge (ca. 3,5 μm), siehe Tabelle 5. Durch eine längere Nitrierdauer (30 Stunden) bei gleicher Nitriertemperatur verliert sich der Dickenunterschied, die Verbindungsschicht weist an Flanschoberseite, Flanschunterseite und im Steg eine konstante Dicke von ca. 9 μm auf.

Während die Verbindungsschicht nach dem Nitrieren bei 300°C, 400°C und 500°C 10 h kaum Porosität zeigt, nimmt der poröse Anteil der Verbindungsschicht durch die längere Nitrierdauer (30 Stunden) bei einer Nitriertemperatur von 500°C deutlich zu (siehe Abb. 47). Die Verbindungsschichten nach dem Nitrieren bei 500°C für 30 h weisen eine Porosität von ca. 50 % auf.

Tabelle 5: Verbindungsschichtdicken [μm]

	Flanschoberseite (UFG Gefüge)	Flanschunterseite (kaltverfest. Gefüge)	Coilmaterial
Nitr. 300°C 10h	0,8	Nicht durchgängig	Nicht durchgängig
Nitr. 300°C 30h	1	Nicht durchgängig	Nicht durchgängig
Nitr. 400°C 10h	2,2	1,6	1,5-2
Nitr. 500°C 10h	5	3-4	3-4
Nitr. 500°C 30h	9	9	9

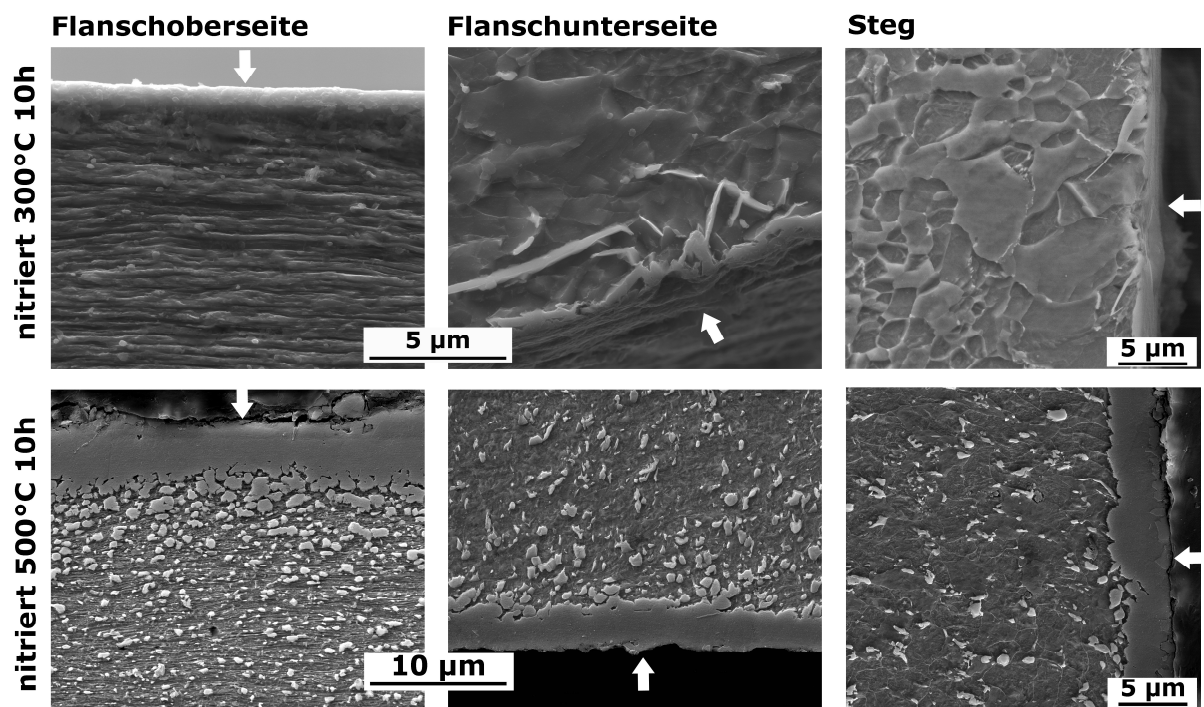


Abb. 45: ZStE 500 Spaltprofil, REM Aufnahmen der Verbindungsschicht an Flanschoberseite, Flanschunterseite und im Steg. Die Oberflächen sind mit einem Pfeil markiert.

Zusammensetzung der Verbindungsschicht

Die Zusammensetzung der Verbindungsschicht kann durch EBSD-Messungen bestimmt werden. Es zeigt sich, dass die Verbindungsschichten an Flanschoberseite, Flanschunterseite und im Coilmaterial jeweils die gleiche Zusammensetzung aufweisen. Direkt auf den Oberflächen bilden sich γ' -Nitride aus, die zu einer geschlossenen Deckschicht zusammenwachsen. Auf diese Schicht aus γ' -Nitriden wachsen ϵ -Nitride sandwichartig auf (siehe Abb. 46). Unabhängig von der Nitrierdauer und der Nitrier-temperatur ist der Anteil an γ' -Nitriden in der Verbindungsschicht größer als der der ϵ -Nitride. Die ϵ -Nitride bilden sich vermehrt bei höheren Nitriertemperaturen und längeren Nitrierdauern aus; nach dem Nitrieren bei 300°C liegen kaum ϵ -Nitride in der Verbindungsschicht vor. Nach 10-stündigem Nitrieren bei 500°C beträgt der Anteil an ϵ -Nitriden ca. 20 %, nach dem Nitrieren bei 500°C für 30 h ca. 30 %.

Vergleicht man den Anteil von ϵ -Nitriden im Bereich des UFG Gefüges (Flanschoberseite) mit dem ϵ -Nitridanteil im Bereich des kaltverfestigten Gefüges (Flanschunterseite), so fällt auf, dass sich bei einer Nitriertemperatur von 500°C nur im Bereich des UFG Gefüges geschlossene ϵ -Nitridschichten ausbilden. Bei tieferen Nitriertemperaturen (300°C und 400°C) liegen im Bereich des UFG Gefüges ebenfalls tendenziell mehr ϵ -Nitride vor.

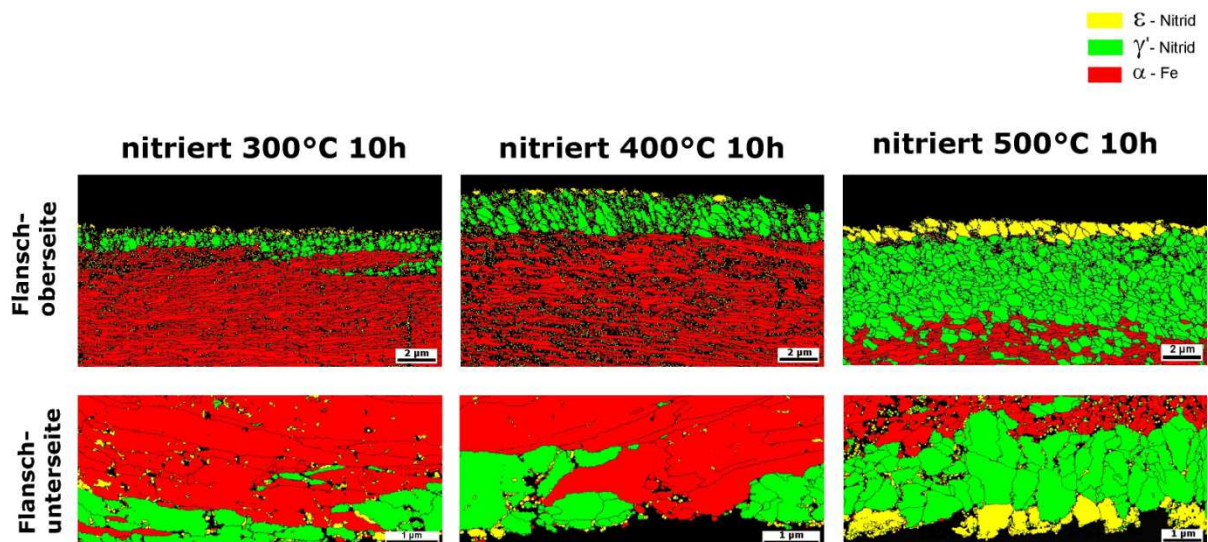


Abb. 46: ZStE 500 Spaltprofil, Zusammensetzung der Verbindungsschicht an Flanschober- und Flanschunterseite, dargestellt durch EBSD-Aufnahmen

Diffusionszone

Unterhalb der Verbindungsschicht befindet sich die Diffusionszone, in der der Stickstoff in das Eisengitter eingelagert sowie in Form von Nitridausscheidungen vorliegt. Nitride scheiden sich bevorzugt an Korngrenzen aus, im Bereich des UFG Gefüges kommt es durch die erhöhte Korngrenzichte zu einer deutlich höheren Dichte an Nitridausscheidungen als an der kaltverfestigten Flanschunterseite oder im Steg. Abb. 47 verdeutlicht dies am Beispiel eines bei 500°C für 30 Stunden nitrierten Spaltprofils.

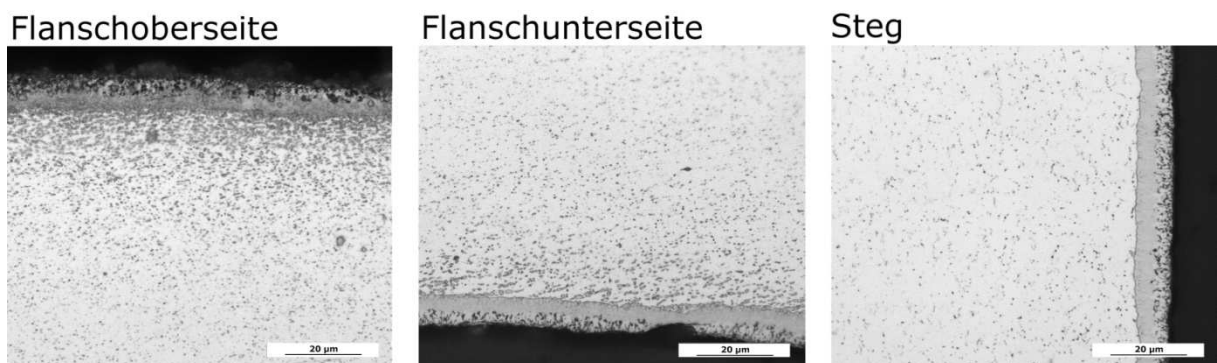


Abb. 47: ZStE 500 Spaltprofil nitriert 500°C 30h, Pikrat-Ätzung, lichtmikroskopische Aufnahmen der Verbindungsschicht an Flanschoberseite, Flanschunterseite und im Steg

Korngröße

Die UFG Gefüge in Spaltprofilen besitzen in einer Dimension sehr geringe Abmessungen. Die geringen Kornabmessungen werden als „pancake-Dicke“ bezeichnet (siehe Abb. 37) und betragen ca. 80 nm. In den anderen beiden Dimensionen ist die Korngröße deutlich größer. Um die Auswirkungen einer Nitrierbehandlung bzw. einer reinen Wärmebehandlung auf das UFG Gefüge zu bestimmen, wurde an Probenquerschliffen die pancake-Dicke senkrecht zur gespaltenen Oberfläche mittels EBSD-Messungen ermittelt.

Zur Klärung der Fragestellung, welchen Effekt der Stickstoff während des Nitrierprozesses auf die Stabilität des Gefüges ausübt, wurden vergleichende EBSD-Messungen an Spaltprofilen im unbehandelten, nitrierten und wärmebehandelten Zustand vorgenommen. Die Wärmebehandlung wurde mit zum Nitriervorgang äquivalenten Parametern durchgeführt, d.h. bei gleicher Temperatur und Dauer. An den unterschiedlich behandelten Profilen wurden im Querschliff die pancake-Dicken in 50 µm und 100 µm Abstand zur gespaltenen Oberfläche (UFG Gefüge) bestimmt sowie in 50 µm und 100 µm Abstand zur Flanschunterseite (siehe Tabelle 6). Die zusätzliche Betrachtung des kaltverfestigten Gefüges an der Flanschunterseite ermöglicht einen direkten Vergleich des Einflusses von Stickstoff auf die Gefügestabilisierung von UFG Gefügen und kaltverfestigten Gefügen.

Während eine reine Wärmebehandlung bei 500°C sowohl im UFG Gefüge (Flansch- oberseite) als auch im kaltverfestigten Gefüge an der Flanschunterseite zu einer deut- lichen Kornvergrößerung führt, wird das Kornwachstum durch den in das Eisen eindiffundierenden Stickstoff gehemmt (siehe Tabelle 6).

Im UFG Gefüge an der Flanschoberseite ist die pancake-Dicke nach dem Nitrierprozess bei 500°C für 10 bzw. 30 Stunden leicht angestiegen, in 50 μm Tiefe liegt sie jedoch unterhalb der pancake-Dicke des rein wärmebehandelten Zustandes. In 100 μm Ab- stand zur Flanschoberseite liegt die pancake-Dicke nach 10-stündigem Nitrieren bei 500°C ebenfalls unterhalb der des rein wärmebehandelten Zustands; nach 30 Stunden Nitrierdauer gleichen sich die pancake-Dicken des wärmebehandelten und des nitrier- ten Zustandes an. Im oberflächennahen Bereich der Flanschoberseite scheint die Wir- kung des eindiffundierenden Stickstoffs auf das Gefüge somit deutlicher ausgeprägt als in 100 μm Tiefe.

An der Flanschunterseite liegt nur im Fall von 10 Stunden Nitrierdauer bei 500°C Nit- riertemperatur eine Stabilisierung des Gefüges durch den eindiffundierenden Stick- stoff vor, die bei 500°C für 10 h nitrierte Probe zeigt an der Flanschunterseite kaum eine Änderung der Korngröße, während eine reine Wärmebehandlung (500°C 10 h) die Korngröße nahezu verdoppelt. Wird die Nitrierdauer auf 30 h erhöht, liegen die Korngrößen in 50 und 100 μm Tiefe bei denen des rein wärmebehandelten Zustands.

Tabelle 6: Pancake-Dicke in 50 und 100 μm Abstand zur Flanschoberseite (UFG Gefüge) bzw. zur Flanschunterseite (kaltverfestigtes Gefüge)

Flanschoberseite	50μm Tiefe	100 μm Tiefe
Unbehandelt	0,09 μm	0,12 μm
Wärmebeh. 500°C 10h	0,16 μm	0,18 μm
Nitriert 500°C 10h	0,13 μm	0,14 μm
Nitriert 500°C 30h	0,13 μm	0,18 μm
Flanschunterseite		
Unbehandelt	0,14 μm	0,19 μm
Wärmebeh. 500°C 10h	0,26 μm	0,35 μm
Nitriert 500°C 10h	0,15 μm	0,19 μm
Nitriert 500°C 30h	0,26	0,35

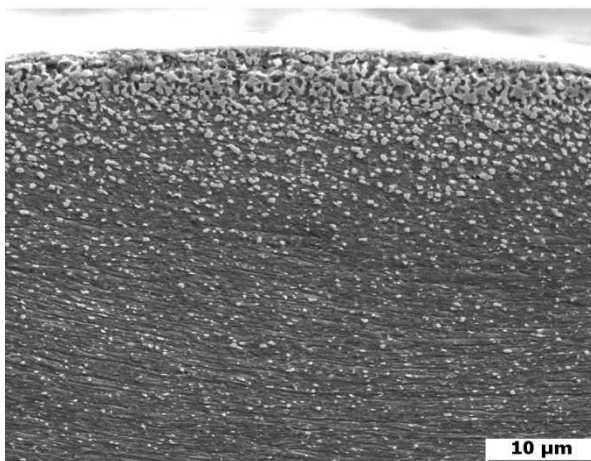
Gefüge nitrierter Spaltprofile mit anschließender Wärmebehandlung

Die thermische Stabilität der UFG Gefüge in nitrierten Spaltprofilen soll durch eine dem Nitrierprozess angeschlossene Wärmebehandlung überprüft werden. Die anschließenden Wärmebehandlungen fanden bei einer Temperatur von 500°C für 10 Stunden bzw. bei 600°C für 5 Stunden statt. Eine reine Wärmebehandlung von Spaltprofilen bei 500°C führt im Bereich des UFG Gefüges zu Erholung und leichter Kornvergrößerung, Rekristallisation tritt hier noch nicht auf. Eine Temperatur von 600°C führt zu der vollständigen Rekristallisation des UFG Gefüges in Spaltprofilen [Schuster, 2009].

Gefüge

Durch eine Wärmebehandlung der nitrierten Proben bei 500°C für 10 Stunden kommt es zu einem Zerfall der Verbindungsschicht an Flanschober- und Flanschunterseite (siehe Abb. 48). Die durchgängige Verbindungsschicht löst sich in einzelne Nitridausscheidungen auf.

Flanschoberseite



Flanschunterseite

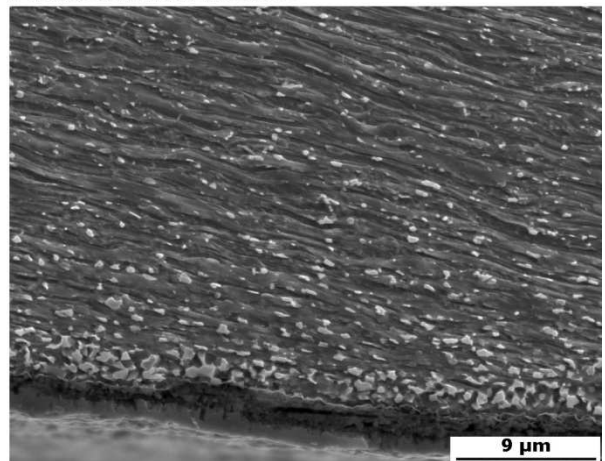


Abb. 48: ZStE 500 nitriert 500°C 10h mit anschließender Wärmebehandlung bei 500°C für 10 h, REM-Aufnahmen von Flanschober- und Flanschunterseite

Eine Wärmebehandlung bei 600°C für 5 Stunden führt zu einem vollständigen Zerfall der Verbindungsschicht, EBSD-Messungen zeigen an der Oberfläche, im Bereich der ehemaligen Verbindungsschicht, lediglich α -Eisen. Im Bereich der ehemals 5 µm dicken Verbindungsschicht liegt nach der Wärmebehandlung bei 600°C eine deutliche Vergrößerung des Gefüges vor, während knapp unterhalb der ehemaligen Verbindungsschicht die lamellenartige Struktur des UFG Gefüges noch zu erkennen ist, siehe Abb. 49 rechts. Die Flanschunterseite zeigt das gleiche Phänomen: stark vergrößerte, globulare Körner im Oberflächenbereich, darunter ist das Gefüge feiner.

Vergleicht man das Gefüge eines bei 600°C für 5 Stunden rein wärmebehandelten Spaltprofils mit einem Spaltprofil, welches vor der Wärmebehandlung nitriert wurde, so fällt auf, dass durch den Nitrierprozess (mit Ausnahme des Oberflächenbereichs) eine deutlich geringer ausgeprägte Vergröberung des Gefüges vorliegt. Während nitrierte Spaltprofile ab einer Tiefe von ca. 5 µm noch die zeilige Struktur des pancake-förmigen UFG Gefüges aufweisen, liegt im rein wärmebehandelten Zustand (600°C, 5 h) ein durchgehend rekristallisiertes Gefüge vor; die zeilige Struktur des Gefüges an der Flanschoberseite ist nicht mehr erkennbar, siehe Abb. 49 links.

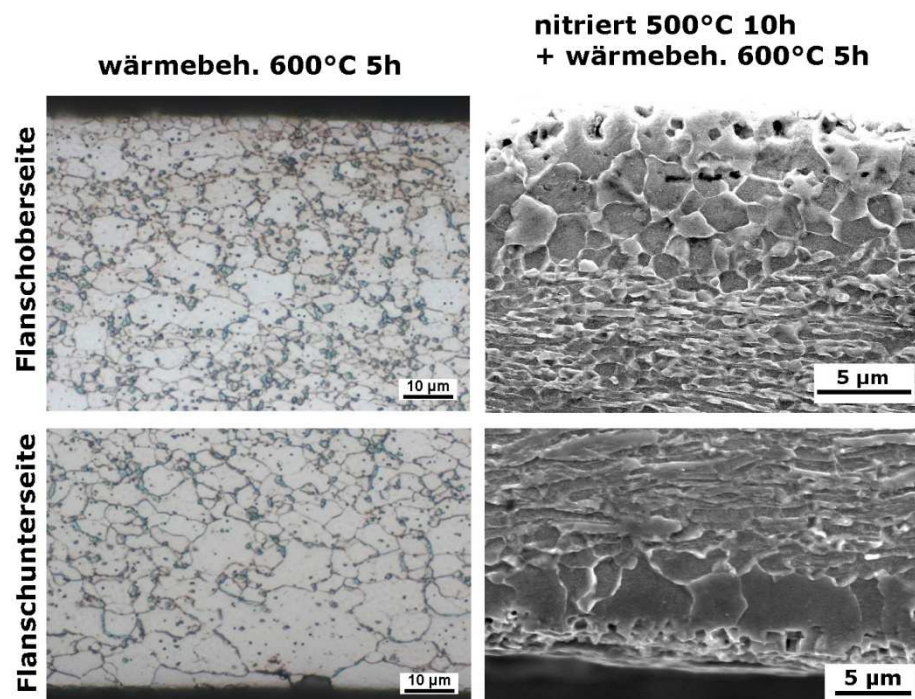


Abb. 49: ZStE 500 Spaltprofil unbehandelt (lichtmikroskopische Aufnahme) sowie nitriert 500°C 10 h (REM-Aufnahme) mit anschließender Wärmebehandlung bei 600°C für 5 h

Korngröße

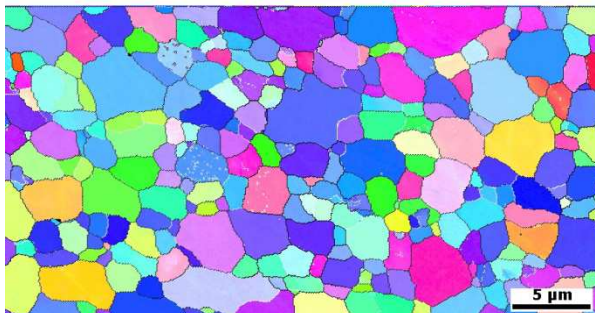
Eine dem Nitrieren nachgeschaltete Wärmebehandlung bei 500°C für 10 Stunden bewirkt in 50 μm Abstand zur Flanschoberseite so gut wie keine Änderung in der Korngröße, das UFG Gefüge bleibt stabil. In größerem Abstand zur Oberfläche (100 μm) kommt es zu einer leichten Zunahme der pancake-Dicke (Tabelle 7).

Eine Wärmebehandlung von Spaltprofilen bei 600°C für 5 Stunden führt zu einem homogenen, globularen Gefüge mit einer Korngröße von 3-5 μm ; der ursprüngliche Gefügegradient verschwindet vollständig. Ein der Wärmebehandlung vorgeschalteter Nitriervorgang scheint der Rekristallisation des Gefüges entgegenzuwirken. Das Gefüge ist vergrößert, die Korngröße in pancake-Dickenrichtung liegt jedoch noch im Submikrometerbereich (siehe Tabelle 7). Die zeilige Form des Gefüges bleibt erhalten (siehe Abb. 50).

Tabelle 7: Pancake-Dicken nitrierter und anschließend wärmebehandelter Spaltprofile im Bereich des UFG Gefüges, in 50 μm und 100 μm Tiefe

Flanschoberseite	50 μm Tiefe	100 μm Tiefe
Nitriert 500°C 10h	0,13 μm	0,14 μm
Nitriert 500°C 10h +Wärmebeh. 500°C 10h	0,13 μm	0,16 μm
Nitriert 300°C 10h +Wärmebeh. 500°C 10h	0,14 μm	0,18 μm
Nitriert 500°C 10h +Wärmebeh. 600°C 5h	0,22 μm	0,25 μm
Nitriert 300°C 10h +Wärmebeh. 600°C 5h	0,18 μm	0,19 μm

wärmebeh. 600°C 5h



nit. 500°C 10h + wärmebeh. 600°C 5h

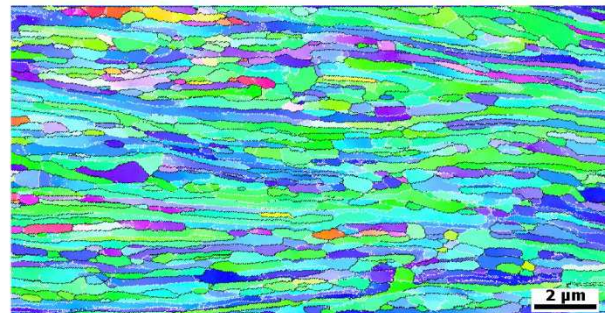


Abb. 50: ZStE 500 Spaltprofil, EBSD-Aufnahmen 50 μm unterhalb der Flanschoberseite

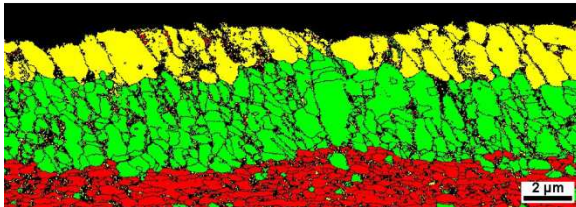
Gefüge nitrierter Spaltprofile mit vorgeschalteter Wärmebehandlung

Durch den Prozess des Spaltprofilierens entstehen UFG Gefüge, welche sowohl eine geringe Korngröße, als auch eine hohe Versetzungsdichte besitzen. Um den Einfluss der Versetzungsdichte auf die Nitriereigenschaften von UFG Gefügen in Spaltprofilen zu eliminieren, wurden die Profile vor dem Nitrieren einer Wärmebehandlung unterzogen. Frühere Untersuchungen zeigten starke Erholungseffekte bereits nach 5-stündigem Glühen bei 500°C und eine nur leicht zunehmende Vergröberung des Gefüges mit fortschreitender Glühdauer bei 500°C [Schuster, 2009]. Es wurde daher eine geringe Glühdauer gewählt und dem Nitrieren eine Wärmebehandlung von 5 Stunden bei 500°C vorgeschaltet.

Gefüge

Die wärmebehandelte (500°C 5 h) und anschließend bei 500°C für 10 Stunden nitrierte Probe weist eine Verbindungsschichtdicke von 5 μm auf und unterscheidet sich damit in ihrer Dicke nicht von der Verbindungsschicht rein nitrierter Proben, siehe Abb. 51. Der Anteil an ϵ -Nitrid in der Verbindungsschicht liegt im wärmebehandelten (500°C 5 h) und anschließend nitrierten Zustand bei ca. 35 % und ist damit höher als in der rein nitrierten Probe (20 %). Auch bei tiefen Nitriertemperaturen (300°C) kommt es zu der Bildung einer geschlossenen Verbindungsschicht im Bereich des UFG Gefüges. Die Verbindungsschicht der wärmebehandelten und anschließend bei 300°C für 30 h nitrierten Probe weist eine Dicke von 1 μm auf und besteht nahezu vollständig aus γ' -Nitriden, analog zu dem rein nitrierten Zustand.

wärmebeh. 500°C 5h + nitriert 500°C 10h



wärmebeh. 500°C 5h + nitriert 300°C 30h

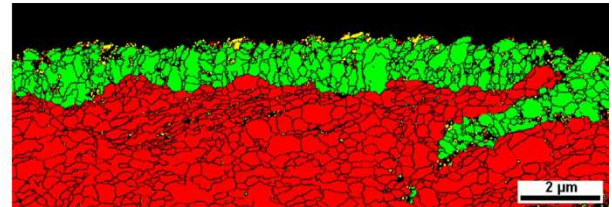


Abb. 51: ZStE 500 Flanschoberseite, Zusammensetzung der Verbindungsschicht, dargestellt durch EBSD-Aufnahmen

Korngröße

Die pancake-Dicken der wärmebehandelten und anschließend nitrierten Proben liegen, im Vergleich zu den rein nitrierten Proben, bei tendenziell höheren Werten. Durch die vorgeschaltete Wärmebehandlung liegen die pancake-Dicken eher im Bereich der rein wärmebehandelten Proben (siehe Tabelle 8).

Tabelle 8: Pancake-Dicken wärmebehandelter und anschließend nitrierter Spaltprofile im Bereich des UFG Gefüges, in 50 μm und 100 μm Tiefe

Flanschoberseite	50 μm Tiefe	100 μm Tiefe
Nitriert 500°C 10h	0,13 μm	0,14 μm
Wärmebeh. 500°C 10h	0,16 μm	0,18 μm
Wärmebeh. 500°C 5h +nitriert 500°C 10h	0,14 μm	0,17 μm
Wärmebeh. 500°C 5h +nitriert 300°C 30h	0,18 μm	0,20 μm

4.1.2. Rauigkeit

Coilmaterial

Die mittlere Rauigkeit R_a der Oberfläche des Coilmaterials verdoppelt sich durch eine zehnstündige Wärmebehandlung bei 500°C von 0,3 μm auf 0,6 μm ; Nitrieren bei 500°C für 10 Stunden führt zu einer weiteren Aufrauung der Oberfläche auf eine mittlere Rauigkeit R_a von 0,7 μm (siehe Tabelle 9). Mit der Rautiefe R_z verhält es sich analog. Somit hat durch den Nitrierprozess eine leichte Aufrauung der Oberfläche stattgefunden.

Tabelle 9: Rauigkeit ZStE 500 Coilmaterial

	R_a [μm]	R_z [μm]
Unbehandelt	0,3	3,1
Wärmebeh. 500°C 10h	0,6	4,2
Nitriert 500°C 10h	0,7	6,0

Flansch

Im Bereich des UFG Gefüges ändert sich die Rauigkeit der Flanschoberseite durch eine Nitrierbehandlung bei 500°C für 10 h kaum, R_a und R_z liegen in der gleichen Größenordnung wie im unbehandelten bzw. im wärmebehandelten Zustand (siehe Tabelle 10). Während sich die mittlere Rautiefe R_z in Coil- und Flanschmaterial für den unbehandelten, den wärmebehandelten und den nitrierten Zustand jeweils kaum unterscheidet, liegt die mittlere Rauigkeit R_a im Flansch, d.h. im Bereich des UFG Gefüges, im wärmebehandelten und im nitrierten Zustand tendenziell bei niedrigeren Werten (Vgl. Tabelle 9 und Tabelle 10).

Tabelle 10: Rauigkeit auf der Flanschoberfläche (UFG Gefüge)

	R_a [μm]	R_z [μm]
Unbehandelt	0,3	5,1
Wärmebeh. 500°C 10h	0,5	4,2
Nitriert 500°C 10h	0,4	5,6

Rauigkeitsmessungen an ermüdeten, dauerfesten Flanschen im Bereich des UFG Gefüges zeigen im wärmebehandelten und im nitrierten Zustand keine Aufrauung der Oberfläche. Im unbehandelten Zustand führt die zyklische Belastung hingegen auch bei dauerfesten Proben zu einer Zunahme der Rauigkeit (siehe Tabelle 11).

Proben, welche im Bereich der Zeitfestigkeit versagten, zeigen im unbehandelten sowie im wärmebehandelten Zustand eine deutliche Aufrauung der Flanschoberseite (UFG Gefüge). Im nitrierten Zustand zeigen die Rauigkeitsmessungen zwar eine deutliche Zunahme von R_z , der Mittenrauwert R_a hat jedoch kaum zugenommen. Die nitrierte Probe zeigt somit eine deutlich geringere Aufrauung der ultrafeinkörnigen Oberfläche durch die zyklische Beanspruchung.

Tabelle 11: Rauigkeit auf der Flanschoberfläche (UFG Gefüge) nach einer zyklischen Belastung

	Ertragene Lastwechsel	R_a [μm]	R_z [μm]
Unbehandelt	10^7	0,6	6,1
	130.000	1,3	7,6
Wärmebeh. 500°C 10h	10^7	0,5	5,1
	115.000	1,0	7,3
Nitriert 500°C 10h	10^7	0,3	3,7
	625.000	0,6	12,9

4.1.3. Eigenspannungen

Neben einer Härtezunahme ist die Entwicklung von Druckeigenspannungen ein charakteristisches Merkmal einer Nitrierbehandlung. Verursacht werden die Druckeigenspannungen durch die Einlagerung von Stickstoff auf Zwischengitterplätzen des Eisens sowie durch die Bildung von Nitridausscheidungen. Die Eigenspannungen nitrierter bzw. unbehandelter Spaltprofile wurden mithilfe der Bohrlochmethode bestimmt. Die Eigenspannungen wurden in Richtung der Flanschspitzen (x) sowie in Blechvorschubrichtung (y) gemessen. Vergleichende Untersuchungen wurden an ZStE 500 Coilmaterial durchgeführt, wobei die Eigenspannungen in Walzrichtung des Bleches (y) sowie senkrecht dazu (x) ermittelt wurden.

Coilmaterial

Die Eigenspannungen des ZStE 500 Coilmaterials unterscheiden sich in Walzrichtung (y) bzw. senkrecht dazu (x) nur geringfügig. Das Material weist im unbehandelten Zustand Zugeigenspannungen auf, die mit zunehmendem Abstand zur Oberfläche auf bis zu ca. 80 MPa ansteigen (siehe Abb. 52, links). Durch eine Nitrierbehandlung bei 300°C verschwinden diese Zugeigenspannungen nicht, im oberflächennahen Bereich des Coilmaterials liegen jedoch bis in eine Tiefe von ca. 0,1 mm Druckeigenspannungen in Höhe von ca. -50 MPa vor (siehe Anhang). Eine Nitriertemperatur von 500°C bewirkt ab einer Tiefe von ca. 0,1 mm einen eigenspannungsfreien Zustand. Im Bereich der Coiloberfläche liegen Druckeigenspannungen bis zu ca. -100 MPa vor (siehe Abb. 52, rechts). Eine längere Nitrierdauer bei 500°C Nitriertemperatur bewirkt einen „ebeneren“ Eigenspannungsverlauf, Höhe sowie Wirktiefe der Druckeigenspannungen ändern sich jedoch nur geringfügig (siehe Anhang).

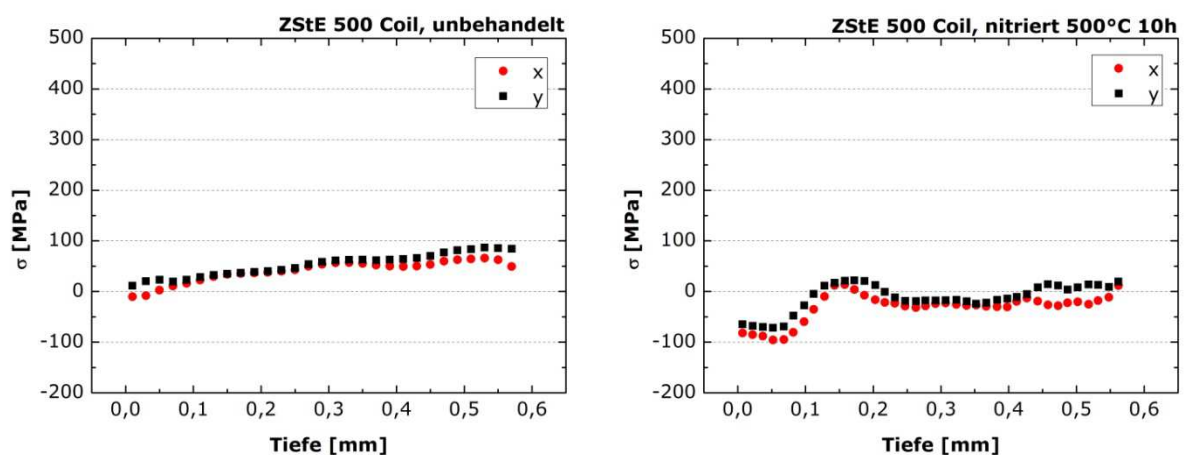


Abb. 52: ZStE 500 Coil, Eigenspannungsverläufe in Walzrichtung des Bleches (y) sowie senkrecht dazu (x) im unbehandelten Zustand (links) sowie im nitrierten (500°C 10h) Zustand (rechts)

Flansch

Unbehandelte Spaltprofile zeigen im Bereich der Flanschoberseite Zugeigenspannungen, sowohl in x- als auch in y-Richtung. Während in Richtung der Flanschspitzen (x) die Zugspannungen zu Druckeigenspannungen übergehen, liegen in Blechvorschubrichtung (y) über die gesamte Flanschdicke Zugeigenspannungen vor (siehe Abb. 53, links). Durch die Temperatureinwirkung während des Nitrierens gleichen sich die Eigenspannungsverläufe (x- und y-Richtung) an, die Flansche werden mit Ausnahme der Oberflächenbereiche eigenspannungsfrei. Im ultrafeinkörnigen Oberflächenbereich liegen durch die Nitrierbehandlung verursachte Druckeigenspannungen in Höhe von ca. -60 MPa vor, an der Flanschunterseite liegen in y-Richtung Zugeigenspannungen entsprechender Höhe vor (siehe Abb. 53, rechts). Die Druck- bzw. Zugeigenspannungen reichen bis in eine Tiefe von ca. 0,1 mm. Die durch das Nitrieren (500°C 10 h) hervorgerufenen Druckeigenspannungen sind im UFG Gefüge damit etwas geringer als im grobkörnigen Coilmaterial.

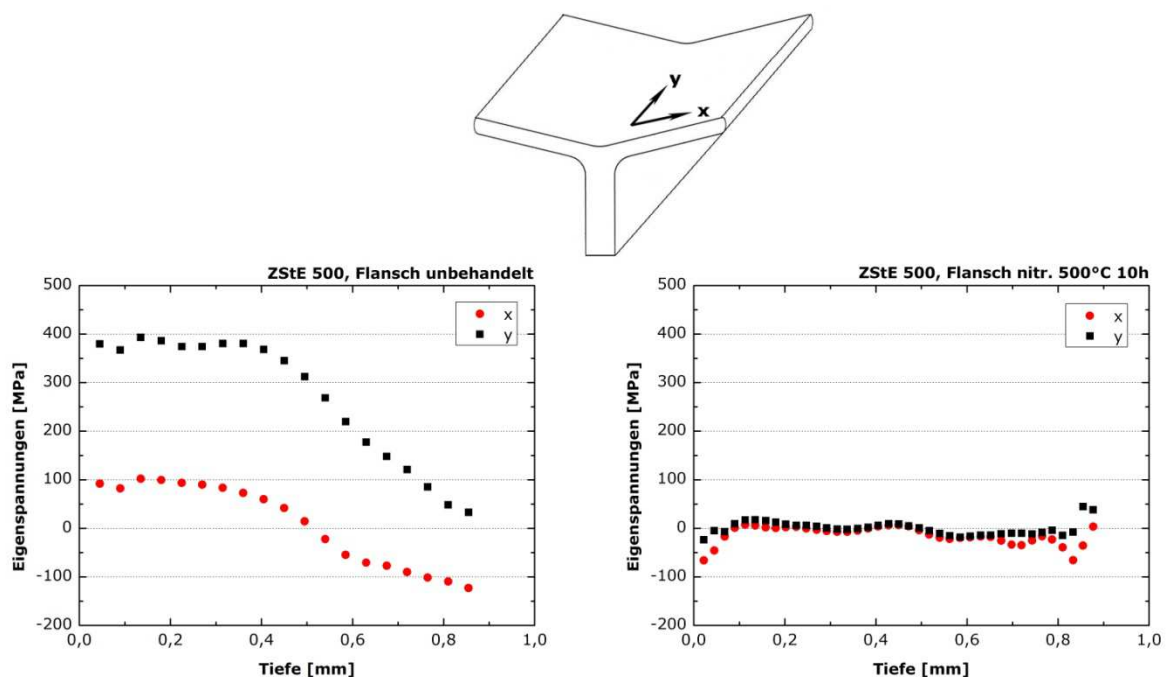


Abb. 53: ZStE 500 Flansch, Eigenspannungsverläufe im unbehandelten Zustand (links) sowie im nitrierten (500°C 10h) Zustand (rechts)

Durch eine Verlängerung der Nitrierdauer von 10 auf 30 Stunden bei einer Nitrier-temperatur von 500°C ändert sich der Verlauf der Eigenspannungen kaum. Während im Bereich des UFG Gefüges Druckeigenspannungen von bis zu -60 MPa auftreten, liegen im kaltverfestigten Gefüge nahezu keine Zugeigenspannungen vor (maximal 3 MPa). Druckeigenspannungen in Höhe von -60 MPa werden bereits bei einer Nitrier-temperatur von 300°C erreicht, jedoch erst nach 30 Stunden Nitrierdauer. Eine Nitrierdauer von 10 Stunden bei 300°C führt zu keinen Druckeigenspannungen im Bereich des UFG Gefüges. Die Eigenspannungsverläufe der bei 300°C nitrierten Spaltprofile sowie der bei 500°C für 30 Stunden nitrierten Probe sind im Anhang aufgeführt.

4.1.4. Härte

Der verwendete Werkstoff ZStE 500 weist im Anlieferungszustand (Coilmaterial) eine Härte von 220 HV_{0,05} auf. Durch das Spaltprofilieren kommt es zu der Ausbildung des für Spaltprofile typischen Härtegradienten über der Dicke des Flansches. Im Bereich des UFG Gefüges, an der Flanschoberseite, steigt die Härte durch das Spaltprofilieren um 70 % auf einen Wert von ca. 380 HV_{0,05}. An der kaltverfestigten Flanschunterseite liegt die Härte ebenfalls oberhalb der Härte des Anlieferungszustandes, sie nimmt um 30 % im Vergleich zum Coilmaterial zu und erreicht einen Wert von ca. 280 HV_{0,05}.

Härte von plasmanitrierten Spaltprofilen

Spaltprofile aus ZStE 500 wurden bei 300°C, 400°C und 500°C plasmanitriert. Zur Charakterisierung der nitrierten Zustände wurden Härtemessungen an Profilquerschnitten im Flansch sowie im Steg durchgeführt. Gemessen wurde jeweils senkrecht zur Flanschoberseite bzw. Stegoberfläche über die Dicke des Flansches bzw. Steges (siehe Abb. 54, oben). Hierbei wurde nur die Härte in der Diffusionszone erfasst, die Härte der Verbindungsschicht ist in den Verläufen nicht dargestellt. Sie liegt an Flanschoberseite (UFG Gefüge), Flanschunterseite (kaltverfestigtes Gefüge) und im Steg (grobkörniges Ausgangsgefüge) bei jeweils ca. 550 HV_{0,05}. Zur Einordnung des Effektes der Nitrierbehandlung auf die Härte des Spaltprofils wurden vergleichende Messungen an unbehandelten sowie an zur Nitriertemperatur äquivalent wärmebehandelten Spaltprofilen durchgeführt. Im Falle einer Nitriertemperatur von 300°C wurde auf eine äquivalente Wärmebehandlung verzichtet, da frühere Untersuchungen [Schuster, 2009] zeigten, dass sich eine Wärmebehandlung bei 300°C nicht auf die Härte auswirkt.

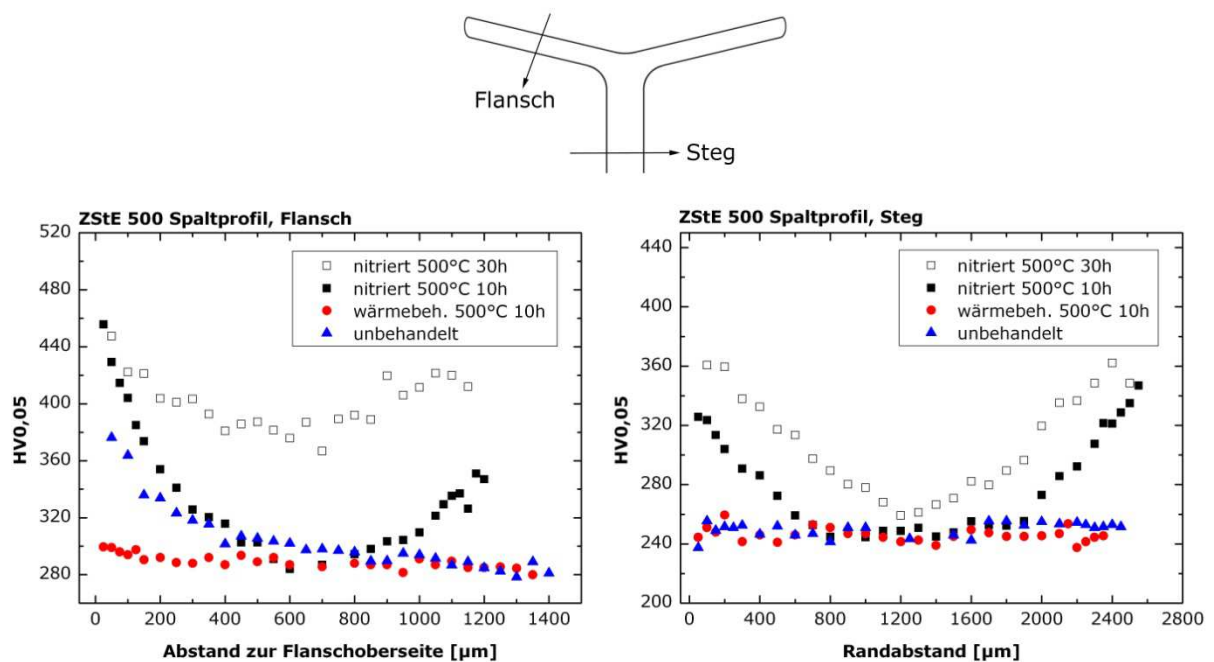


Abb. 54: Härte im Querschliff der bei 500°C nitrierten Spaltprofile aus ZStE 500 in Flansch (links) und Steg (rechts)

Während eine reine Wärmebehandlung bei 500°C zu einem deutlichen Härteverlust und zu einer konstanten Härte über die Flanschdicke führt, liegt die Härte nach dem Nitrieren bei äquivalenter Temperatur von 500°C in den Randbereichen deutlich über der des unbehandelten Materials (siehe Abb. 54, links). Im Bereich des UFG Gefüges (Flanschoberseite) erfolgt durch die Nitrierbehandlung bei 500°C eine Härtezunahme von ca. 15%. Die Härte steigt an der ultrafeinkörnigen Flanschoberseite von ca. 380 HV0,05 im unbehandelten Zustand auf ca. 450 HV0,05 im nitrierten Zustand an. Der durch das Nitrieren bei 500°C erreichte Härteanstieg ist unabhängig von der Nitrierdauer; sowohl eine 10-stündige Nitrierbehandlung als auch eine 30-stündige Nitrierbehandlung führen zu der gleichen Härte im oberflächennahen Bereich der Flanschoberseite.

Nach 10-stündigem Nitrieren bei 500°C sinkt die Härte ausgehend von der Flanschoberseite bzw. von der Flanschoberseite ab einer Tiefe von ca. 300 μm auf die Härte des wärmebehandelten Zustands ab. Nach 30 h Nitrieren bei 500 °C nimmt die Härte über die gesamte Dicke des Flansches deutlich zu.

An der kaltverfestigten Flanschoberseite nimmt die Härte nach 10-stündigem Nitrieren bei 500°C von ca. 280 HV0,05 (unbehandelter Zustand) auf ca. 350 HV0,05 (nitriert) zu. Die Härte liegt damit im Bereich des UFG Gefüges um 100 HV0,05 höher als im korrespondierenden kaltverfestigten Gefüge an der Flanschoberseite. Eine 30-stündige Nitrierdauer führt an der kaltverfestigten Flanschoberseite zu einer Härte von ca. 410 HV0,05, der Härtegradient über der Flanschdicke ist nach 30-stündigem Nitrieren bei 500°C stark abgeflacht (siehe Abb. 54, links).

Im grobkörnigen Stegmaterial bewirkt eine reine Wärmebehandlung bei 500°C keine Änderung der Härte. Nitrieren bei 500°C hingegen verursacht einen Härteanstieg von ca. 35-40 % (Härteanstieg um ca. 100 HV0,05) (siehe Abb. 54, rechts).

Eine 10-stündige Nitrierbehandlung bei einer Nitriertemperatur von 400°C hat im Bereich der ultrafeinkörnigen Flanschoberseite sowie im Bereich der kaltverfestigten Flanschunterseite eine deutliche Härtezunahme zu Folge (siehe Abb. 55, links). Diese Härtezunahme entspricht der Härte, welche durch eine 10-stündige Nitrierbehandlung bei 500°C in den Randbereichen des Spaltprofils erreicht wird. Der einzige Unterschied liegt in der Einwirktiefe des Stickstoffs. Im Vergleich zu einer höheren Nitriertemperatur sinkt der Einflussbereich des Stickstoffes, d.h. der Härteverlauf mündet schon in geringerem Abstand zur Flanschoberseite auf dem Verlauf des unbehandelten Profils. Während das 10-stündige Nitrieren bei 500°C im Bereich des UFG Gefüges bzw. im kaltverfestigten Gefügebereich eine Härtezunahme bis in eine Tiefe von ca. 300 μm bewirkt, führt Nitrieren bei 400°C nur bis in ca. 125 μm Abstand zur Flanschoberseite bzw. zur Flanschunterseite zu einer gesteigerten Härte.

Nitrieren des grobkörnigen Stegmaterials führt bei einer Nitriertemperatur von 400°C nur zu einer geringen Härtezunahme. Die Härte steigt um ca. 10 %, der Härteanstieg beträgt ca. 30 HV0,05 (siehe Abb. 55, rechts).

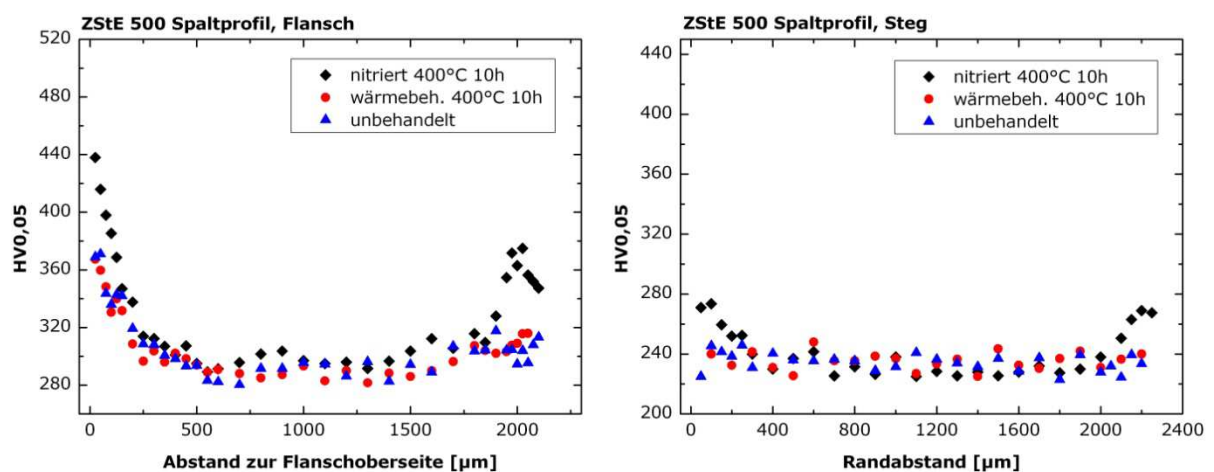


Abb. 55: Härte im Querschliff der bei 400°C nitrierten Spaltprofile aus ZStE 500 in Flansch (links) und Steg (rechts)

Wird die Nitriertemperatur weiter reduziert, auf 300°C, so entspricht der Härteanstieg im oberflächennahen Bereich der ultrafeinkörnigen Flanschoberseite sowie der kaltverfestigten Flanschunterseite dem Härteanstieg, welcher nach 10-stündigem Nitrieren bei 400°C bzw. 500°C erreicht wird. Der Einflussbereich des Stickstoffes hingegen nimmt weiter ab, die durch das Nitrieren erreichte Härtesteigerung im Bereich des UFG Gefüges bzw. im kaltverfestigten Gefüge an der Flanschunterseite erstreckt sich nur noch bis in eine Tiefe von ca. 100 µm (siehe Abb. 56, links).

Bei einer Nitriertemperatur von 300 °C bewirkt eine Verlängerung der Nitrierdauer von 10 h auf 30 h keine weitere Härtesteigerung, die Härteverläufe sind nahezu identisch.

Analog zu dem Nitrieren bei 400°C nimmt die Härte des grobkörnigen Stegmaterials durch eine Nitrierbehandlung bei 300°C nur geringfügig zu. Die Härte steigt um ca. 10 %, der Härteanstieg beträgt ca. 30-40 HV_{0,05} (siehe Abb. 56, rechts).

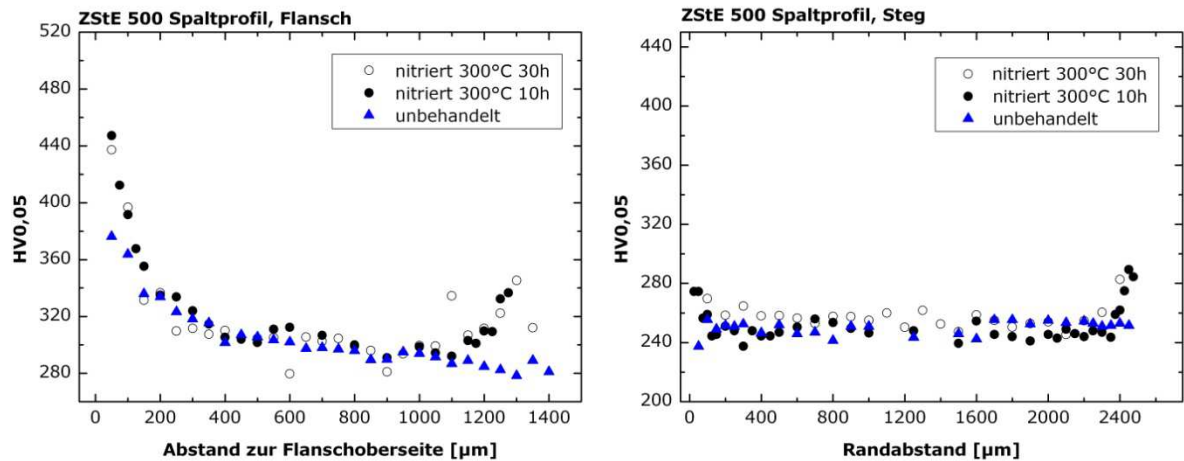


Abb. 56: Härte im Querschliff der bei 300°C nitrierten Spaltprofile aus ZStE 500 in Flansch (links) und Steg (rechts)

Plasmanitrieren bei Nitriertemperaturen von 300°C, 400°C und 500°C führt im Bereich des UFG Gefüges jeweils zu einer Härtezunahme von ca. 15%. Die im Bereich des UFG Gefüges erzielte Härtesteigerung ist somit unabhängig von der Nitriertemperatur und der Nitrierdauer.

An der kaltverfestigten Flanschunterseite ist die Härtesteigerung durch eine 10-stündige Nitrierbehandlung ebenfalls für alle hier betrachteten Nitriertemperaturen identisch. Im Bereich des UFG Gefüges ist die Härte nach dem Nitrieren höher als im korrespondierenden kaltverfestigten Gefüge an der Flanschunterseite.

Die Härte im Steg des Spaltprofils liegt im unbehandelten Zustand mit ca. 250 HV_{0,05} etwas höher als die des unbehandelten Coilmaterials. Anders als im Flansch ist die Härtesteigerung im Steg abhängig von der Nitriertemperatur. Nitrieren bei Prozess-temperaturen von 300°C und 400°C führen zu einer deutlich geringeren Härtezunahme als das Nitrieren bei 500°C.

Härte von plasmanitrierten Spaltprofilen mit anschließender Wärmebehandlung

Durch eine dem Nitrierprozess angeschlossene Wärmebehandlung bei 500°C bzw. 600°C soll die stabilisierende Wirkung des Stickstoffs bzw. der Nitridausscheidungen auf das UFG Gefüge untersucht werden. Die thermische Stabilität der mechanischen Eigenschaften wird durch Härtemessungen an nitrierten und anschließend wärmebehandelten Spaltprofilen untersucht. Die Härtemessungen erfolgen, wie in Abb. 54 schematisch gezeigt, an Profilquerschliffen in Flansch und Steg.

Eine reine Wärmebehandlung bei 500°C führt zu einem deutlichen Härteverlust im Bereich des UFG Gefüges, es liegt kein Härtegradient mehr vor, sondern ein Härteplateau auf dem Niveau der Härte der kaltverfestigten Flanschunterseite.

Für eine thermische Stabilisation des UFG Gefüges ist der Anteil an Stickstoff, welcher während des Nitrierprozesses in das Gefüge eingebracht wird, entscheidend. So sinkt die Härte der bei 300°C für 10 Stunden nitrierten Spaltprofile nach einer Wärmebehandlung bei 500°C ab und liegt nur bis in ca. 150 μm Tiefe oberhalb der Härte des rein wärmebehandelten Zustands. Die Härte der bei 500°C nitrierten Spaltprofile hingegen nimmt durch die anschließende Wärmebehandlung bei 500°C sogar tendenziell leicht zu, insbesondere in der Flanschmitte und an der Flanschunterseite (siehe Abb. 57). Während UFG Gefüge in Spaltprofilen ab Temperaturen von ca. 500°C drastisch an Härte verlieren, werden durch den Nitrierprozess die mechanischen Eigenschaften der UFG Gefüge auch bei erhöhten Temperaturen erhalten.

Im Steg des Spaltprofils bewirkt eine Wärmebehandlung bei 500°C kaum eine Änderung der Härte, weder im unbehandelten, noch im nitrierten Zustand.

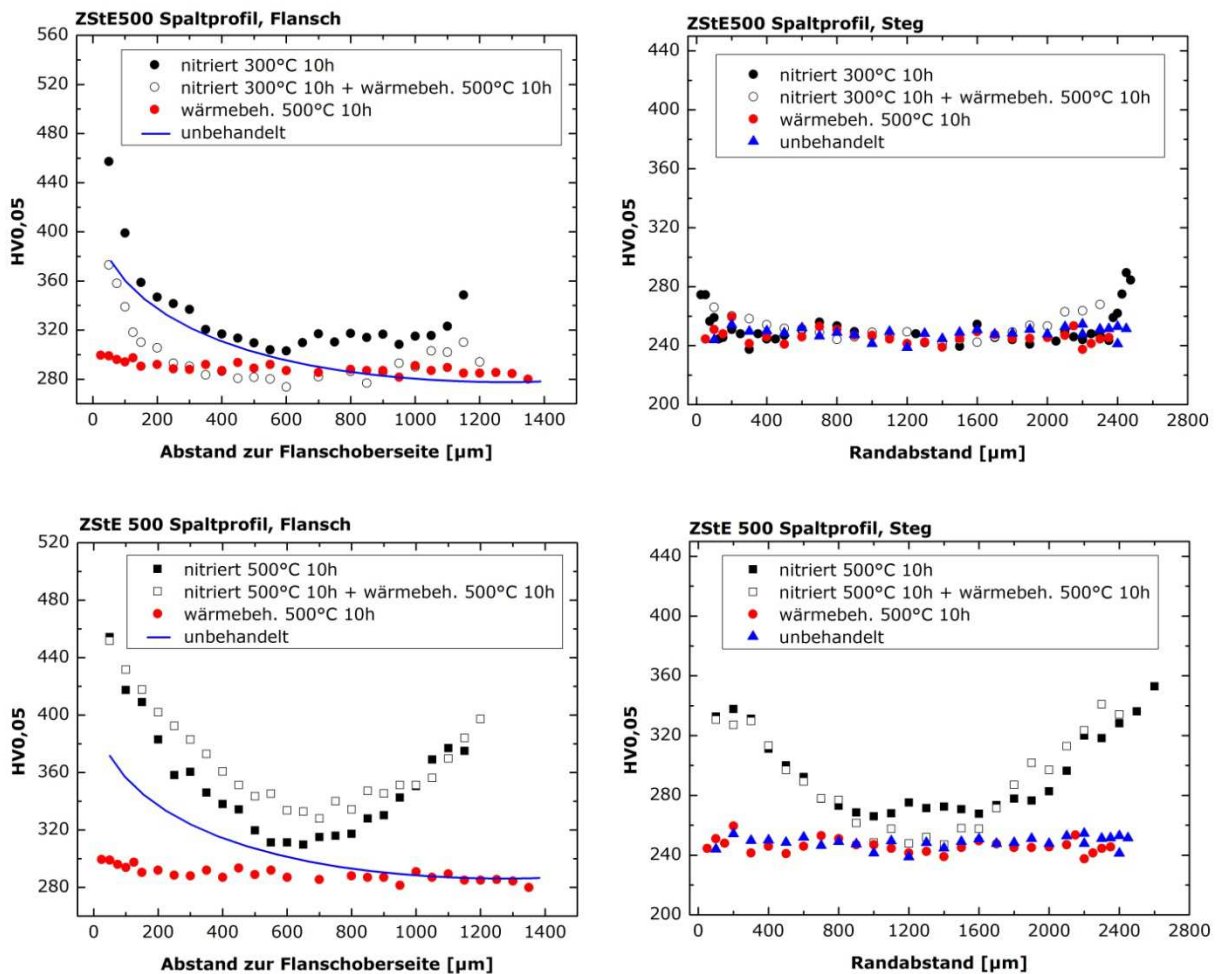


Abb. 57: Härte im Querschliff nitrierter und anschließend wärmebehandelter (500°C 10h) Spaltprofile aus ZStE 500 in Flansch (links) und Steg (rechts)

Bei Glühtemperaturen von 600°C tritt in den UFG Gefügen in Spaltprofilen Rekristallisation und damit einhergehend eine drastische Härteabnahme, unterhalb die Härte des Bleches im Anlieferungszustand, auf. Ein der Wärmebehandlung vorgeschalteter Nitrierprozess bewirkt im Fall von Nitriertemperaturen von 500°C den Erhalt der mechanischen Eigenschaften (siehe Abb. 58).

Nitrieren bei 300°C steigert die thermische Stabilität der mechanischen Eigenschaften nur in einem oberflächennahen Bereich. Im UFG Gefüge sinkt die Härte durch die anschließende Wärmebehandlung unter die Härte des unbehandelten Spaltprofils, liegt aber bis in eine Tiefe von ca. 400 μm oberhalb der Härte des rein wärmebehandelten Zustandes. An der Flanschoberseite sinkt die Härte ebenfalls ab 400 μm Tiefe auf das Niveau der reinen Wärmebehandlung (siehe Abb. 58, links oben).

Eine höhere Nitriertemperatur geht mit einer stärkeren Stabilisation der mechanischen Eigenschaften einher. Eine dem Nitrieren bei 500°C angeschlossene Wärmebehandlung (600°C 5 h) führt zwar zu einer Härteabnahme in den Randbereichen von Flanschober- und Flanschunterseite, diese Härteabnahme ist jedoch nicht stark ausgeprägt. Die Härte liegt über dem gesamten Flanschquerschnitt ungefähr auf dem Niveau der Härte des unbehandelten Spaltprofils (siehe Abb. 58, links unten).

Eine Wärmebehandlung bei 600°C ändert nichts an der Härte im Steg. Die durch das Nitrieren (500°C 10 h) erzielte Härtesteigerung in den Randbereichen des Steges werden durch die anschließende Wärmebehandlung bei 600°C verringert (siehe Abb. 58, rechts).

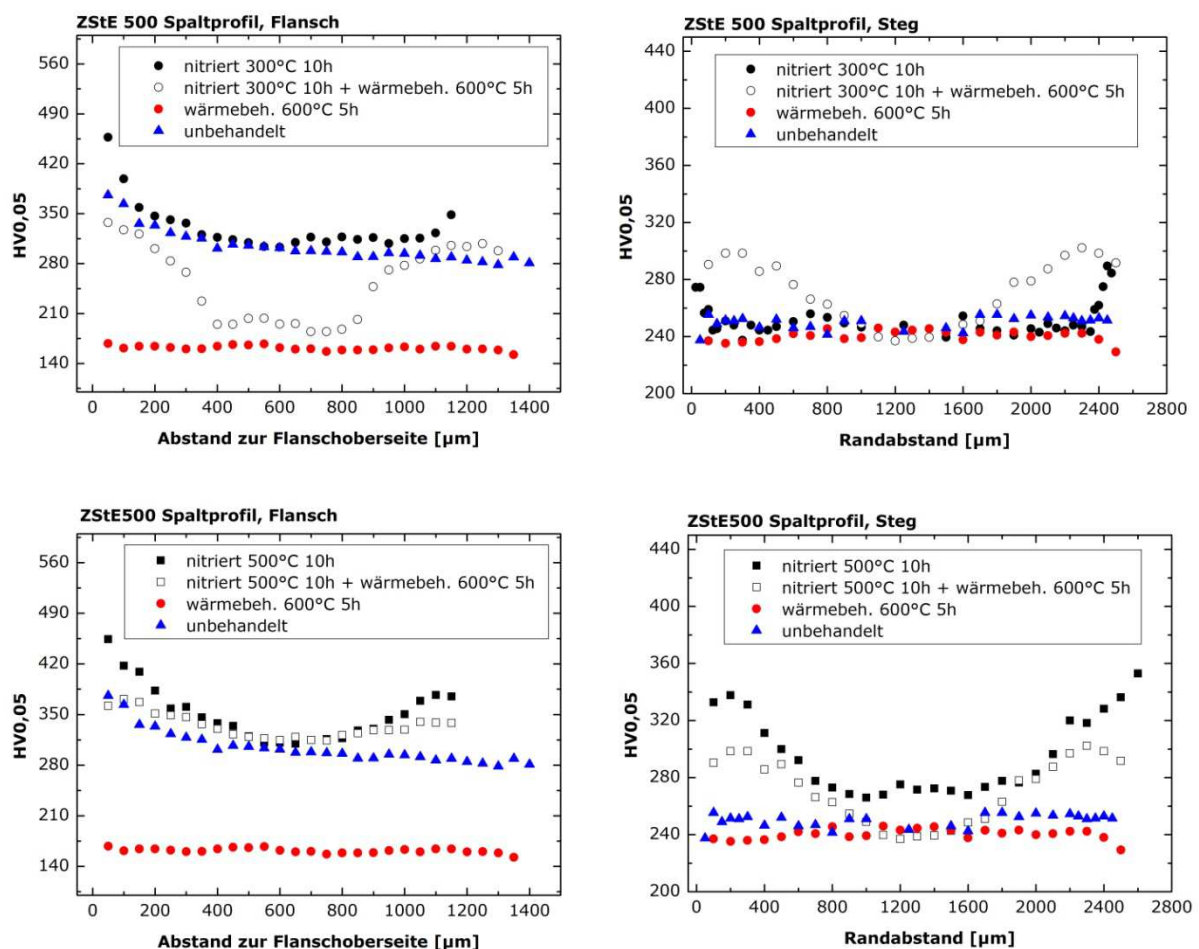


Abb. 58: Härte im Querschliff nitrierter und anschließend wärmebehandelter (600°C 5h) Spaltprofile aus ZStE 500 in Flansch (links) und Steg (rechts)

Härte von plasmanitrierten Spaltprofilen mit vorgeschalteter Wärmebehandlung

Um den Effekt der hohen Versetzungsdichte auf die Nitriereigenschaften von UFG Gefügen in Spaltprofilen zu eliminieren, wurden die Spaltprofile vor dem Nitrieren einer Wärmebehandlung bei 500°C unterzogen.

Diese dem Nitrierprozess vorgeschaltete Wärmebehandlung (500°C 5 h) ändert die Nitriereigenschaften der UFG Gefüge in Spaltprofilen. Nitrieren bei tiefen Nitriertemperaturen (300°C) führt durch die vorgeschaltete Wärmebehandlung zu keiner Härtesteigerung mehr. Die Härte der wärmebehandelten und anschließend bei 300°C nitrierten Flansche liegt tendenziell unterhalb der Härte des wärmebehandelten Zustands (500°C 10h). Ein schwach ausgeprägter Gradient ist in dem Härteverlauf der wärmebehandelten und anschließend nitrierten Probe zu beobachten, doch selbst wenn man die Gefügeschwankungen und die damit einhergehenden Schwankungen in der Härte berücksichtigt, so ist die Härtesteigerung dennoch deutlich geringer als ohne vorgeschaltete Wärmebehandlung (Abb. 59, links).

Im Steg ändert eine Wärmebehandlung bei 500°C nichts an der Härte. Die dem Nitrierprozess vorgeschaltete Wärmebehandlung hat somit keinen merklichen Einfluss auf das Nitrierergebnis (siehe Abb. 59, rechts).

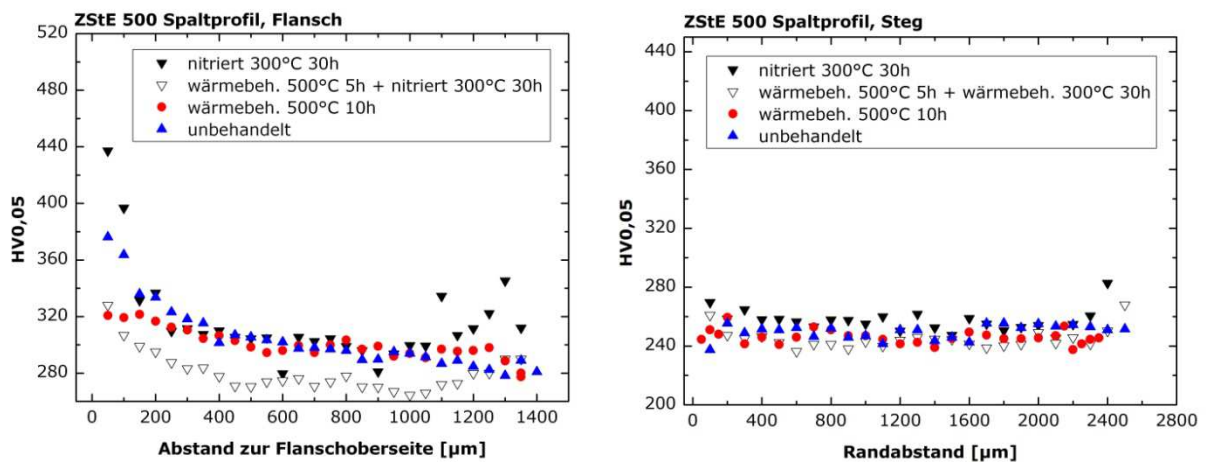


Abb. 59: Härte im Querschliff wärmebehandelter (500°C 5h) und anschließend bei 300°C für 30 Stunden nitrierter Spaltprofile aus ZStE 500 in Flansch (links) und Steg (rechts)

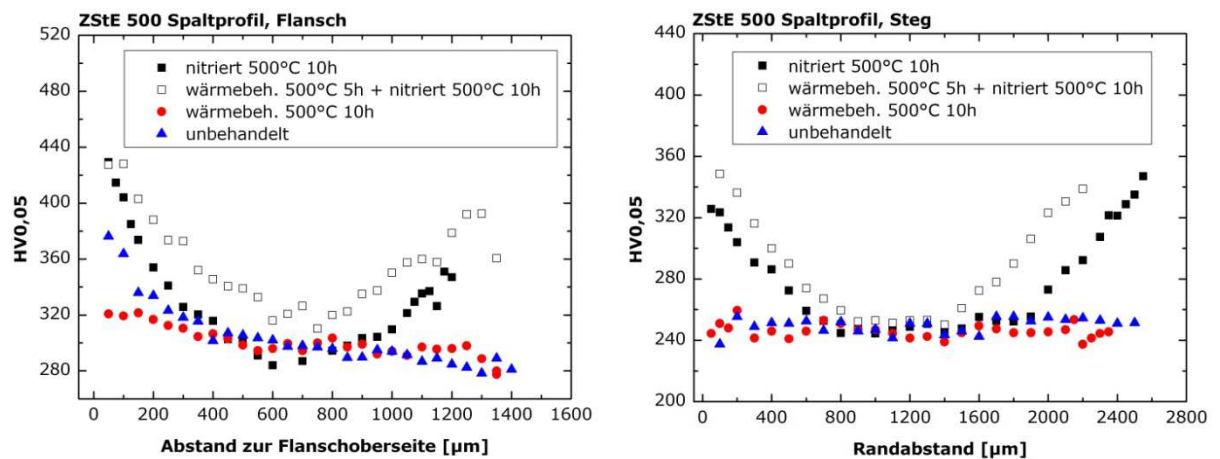


Abb. 60: Härte im Querschliff wärmebehandelter (500°C 5h) und anschließend bei 500°C für 10 Stunden nitrierter Spaltprofile aus ZStE 500 in Flansch (links) und Steg (rechts)

Bei höheren Nitriertemperaturen (500°C) zeigen die Flansche durch die vorgeschaltete Wärmebehandlung (500°C, 5 h) kaum Unterschiede in ihrem Nitrierverhalten (siehe Abb. 60 und Abb. 61). Für eine bei 500°C für 10 Stunden nitrierte Probe führt die vorgeschaltete Wärmebehandlung zu Härtewerten, welche tendenziell oberhalb der Härte des rein nitrierten Zustands liegen (siehe Abb. 60). Nach 30-stündigem Nitrieren bei 500°C verhält es sich genau gegenläufig; es ist somit keine klare Tendenz zu erkennen (siehe Abb. 61).

Da die Härte des Stegmaterials durch eine Wärmebehandlung bei 500°C nicht beeinflusst wird, hat die dem Nitrierprozess vorgeschaltete Wärmebehandlung keinen Einfluss auf das Nitrierergebnis (siehe Abb. 60 und Abb. 61, rechts).

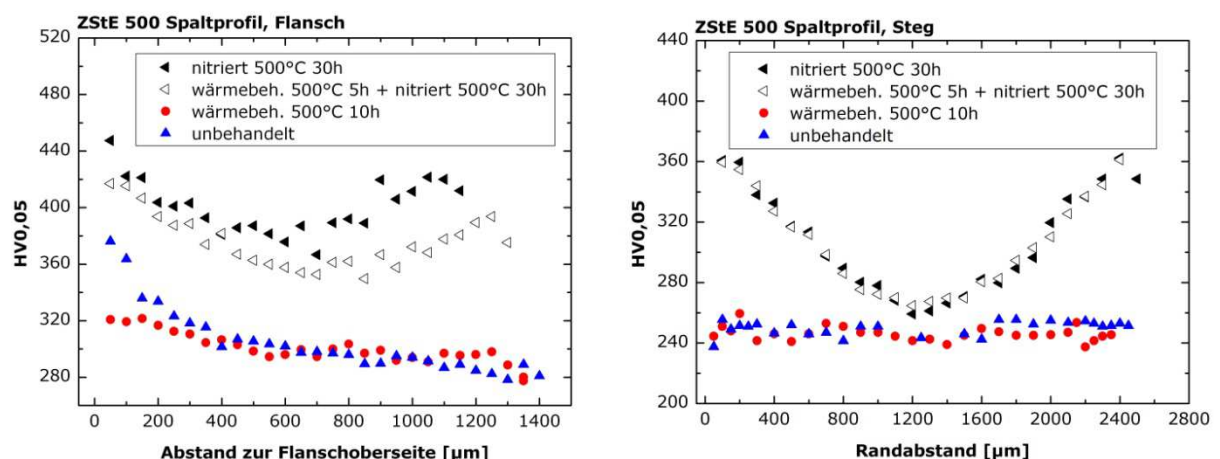


Abb. 61: Härte im Querschliff wärmebehandelter (500°C 5h) und anschließend bei 500°C für 30 Stunden nitrierter Spaltprofile aus ZStE 500 in Flansch (links) und Steg (rechts)

4.1.5. Festigkeit

Zugversuche an nitrierten Flanschen zeigen, dass die Festigkeit im Flansch durch eine Nitrierbehandlung bei 500°C für 10 Stunden um ca. 20 % auf 1540 MPa zunimmt (im Vergleich zu einem unbehandelten Spaltprofil). Im Stegmaterial nimmt die Festigkeit um ca. 70 % auf 1170 MPa zu; neben der Festigkeit nimmt im Steg auch die Gleichmaßdehnung durch die Nitrierbehandlung zu (siehe Tabelle 12).

Tabelle 12: ZStE 500 Spaltprofil, Festigkeitskennwerte für den unbehandelten sowie den nitrierten Zustand in Flansch und Steg

ZStE 500	R _e [MPa]	R _m [MPa]	A _G	A
Flansch, unbehandelt	1160	1220	0,01	0,035
Flansch, nitriert 500°C 10h	-	1540	-	-
Steg, unbehandelt	630	670	0,06	0,17
Steg, nitriert 500°C 10h	1100	1170	0,095	0,15

4.1.6. Ermüdung

Es ist bekannt, dass sich eine Nitrierbehandlung positiv auf die Schwingfestigkeit von Bauteilen ausübt. Um den Einfluss des Nitrierens auf die Ermüdungseigenschaften von UFG Gefügen in Spaltprofilen zu untersuchen, wurden Proben aus dem UFG Bereich eines Spaltprofils (Flanschoberseite) entnommen und unter zyklischer 3-Punkt-Biegebelastung bei einem Belastungsverhältnis von $R = 0,2$ untersucht. Hierbei befand sich das UFG Gefüge im Bereich der maximalen Spannungen. Die während der zyklischen 3-Punkt-Biegebelastung auftretenden maximalen Zugspannungen wurden über die Balkentheorie aus der Maximallast F_{\max} , dem unteren Auflagerabstand D , der Probenbreite B sowie der Probenhöhe H berechnet (siehe Formel 4).

$$\sigma_{\max} = F_{\max} \cdot \frac{3 \cdot D}{2 \cdot B \cdot H^2} \quad \text{Formel 4}$$

Es wurden unbehandelte, wärmebehandelte (500°C 10 h) sowie nitrierte (500°C 10 h) Proben getestet. Vergleichende Untersuchungen wurden an ZStE 500 Coilmaterial durchgeführt.

Die Porosität der Verbindungsschicht könnte sich negativ auf die Ermüdungseigenschaften auswirken. Da im Falle einer Nitrieretemperatur von 500°C nach 10 Stunden Nitrierdauer die Porosität der Verbindungsschicht geringer ausgeprägt ist als nach einer Nitrierdauer von 30 Stunden, wurden für die Ermüdungsuntersuchungen Profile gewählt, welche bei 500°C für 10 Stunden nitriert wurden.

Die Lebensdauern von unbehandeltem Coil- und Flanschmaterial sind nahezu identisch (Vgl. Abb. 62 und Abb. 63). Es konnte durch die Erzeugung ultrafeinkörniger Gefüge somit in den vorliegenden Spaltprofilen aus ZStE 500 keine Verbesserung der Ermüdungseigenschaften erzielt werden.

Durch eine Nitrierbehandlung bei 500 °C für 10 h werden die Ermüdungseigenschaften der UFG Gefüge deutlich verbessert. Im Vergleich zu dem unbehandelten UFG Material steigt die Dauerfestigkeit durch das Nitrieren um ca. 40% (siehe Abb. 62). Im Coilmaterial fällt die Steigerung der Dauerfestigkeit durch das Nitrieren geringer aus, sie liegt bei ca. 20 % (siehe Abb. 63). Eine zum Nitrierprozess äquivalente Wärmebehandlung (500°C 10 h) führt im Flansch zu einer leichten Abnahme der Dauerfestigkeit. Im Coilmaterial unterscheiden sich die Lebensdauern des wärmebehandelten sowie die des unbehandelten Zustands nicht.

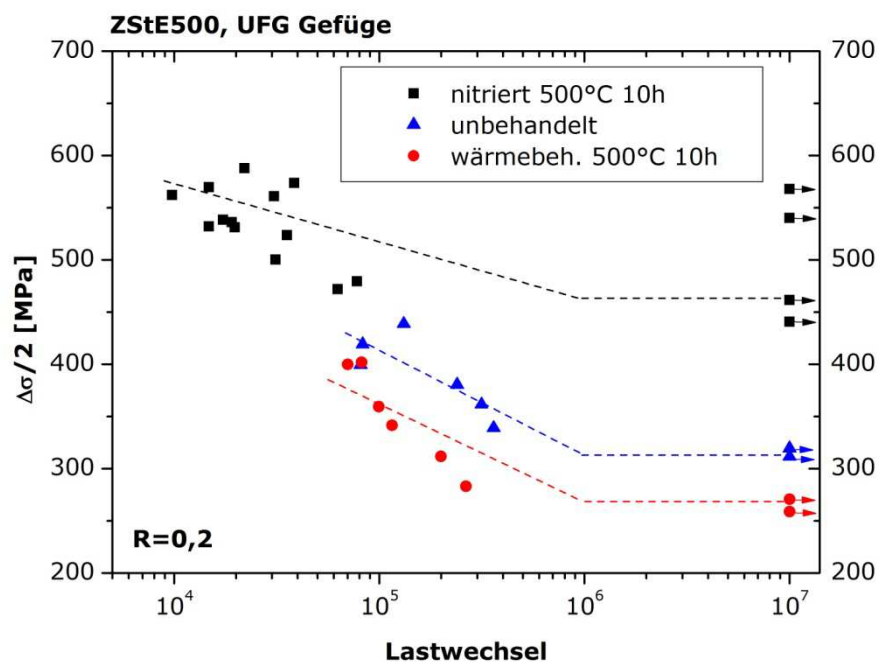


Abb. 62: ZStE 500 Spaltprofil, Wöhlerkurve für Flanschmaterial im unbehandelten, wärmebehandelten (500°C 10 h) und nitrierten (500°C 10 h) Zustand, 3-Punkt-Biegebelastung, $R = 0,2$

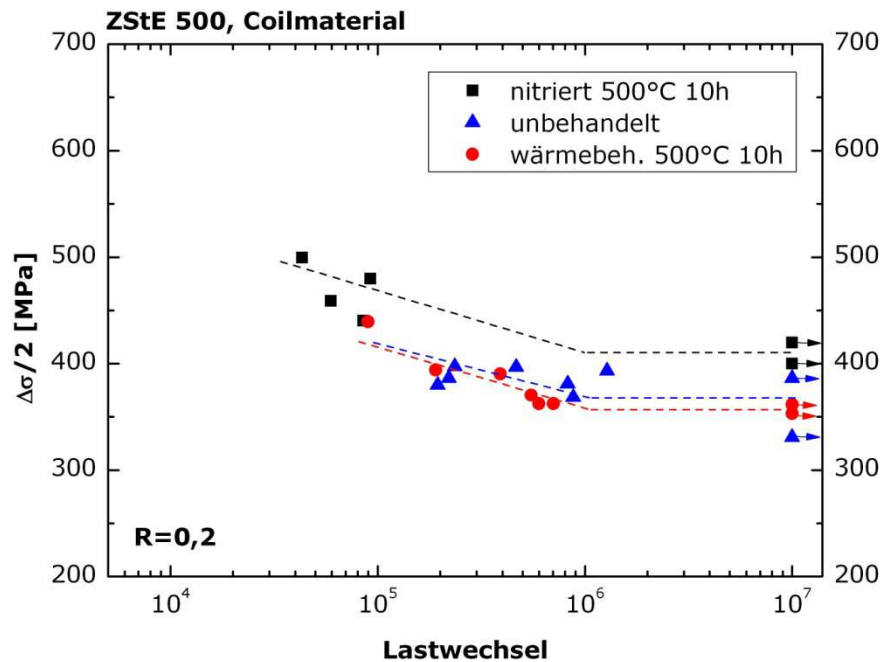


Abb. 63: ZStE 500 Coilmaterial, Wöhlerkurve des unbehandelten, wärmebehandelten (500°C 10 h) und nitrierten (500°C 10 h) Zustands, 3-Punkt-Biegebelastung, $R = 0,2$

Untersuchungen an Querschliffen nitrierter (500°C 10 h) Flanschproben, welche im Bereich der Zeitfestigkeit versagten, zeigen Sekundärrisse senkrecht zu der Rissausbreitungsrichtung des zum Versagen führenden Primärrisses (siehe Abb. 64a). Diese Sekundärrisse werden auch im Bereich des UFG Gefüges beobachtet, hier treten die Sekundärrisse entlang der Korngrenzen des pancake-förmigen UFG Gefüges auf. Sekundärrisse entlang der Korngrenzen des UFG Gefüges werden auch in unbehandelten sowie wärmebehandelten (500°C 10 h) Flanschproben beobachtet.

Neben dem Primärriss treten in den nitrierten Flanschen Risse in der Verbindungsschicht auf, welche jedoch unterhalb der Verbindungsschicht, d.h. im Bereich der Diffusionszone, zum Stillstand kommen (siehe Abb. 64b).

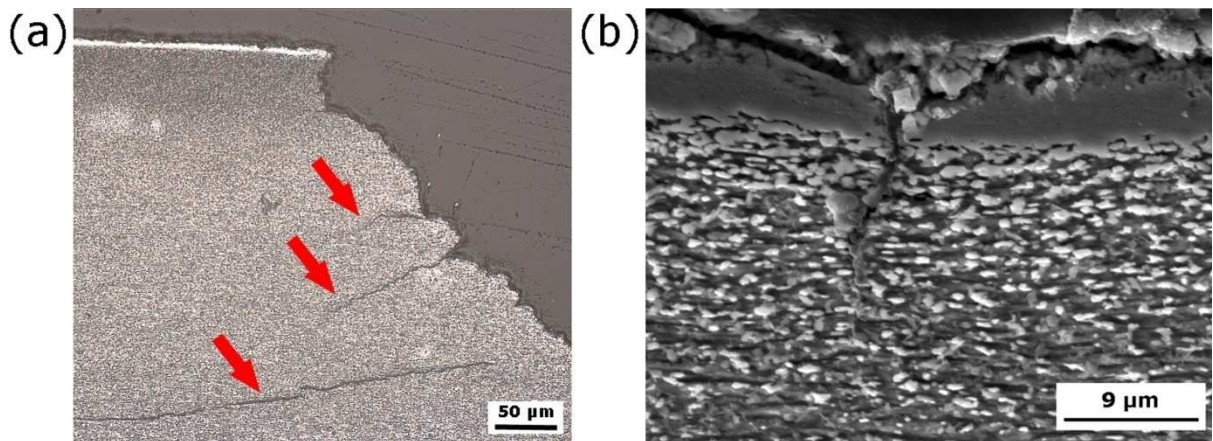


Abb. 64: ZStE 500 nitriert 500°C 10 h, Flanschoberseite im Querschliff nach dem Versagen unter zyklischer Belastung. Es treten Risse senkrecht zur Rissausbreitungsrichtung des Primärrisses auf (a, lichtmikroskopische Aufnahme). Neben dem Primärriss liegen weitere Risse vor (b, REM-Aufnahme).

Auch an nitrierten (500°C 10 h), dauerfesten Flanschproben werden Risse im Bereich der Verbindungsschicht beobachtet (siehe Abb. 65). Die Risse breiten sich jedoch nicht weiter in das Material hinein aus und führen somit nicht zum Versagen. Die dauerfesten Proben des unbehandelten sowie des wärmebehandelten (500°C 10 h) Flanschmaterials zeigen keine Risse.

Im nitrierten (500°C 10 h) Coilmaterial werden an dauerfesten Proben ebenfalls Risse in der Verbindungsschicht festgestellt. Die Risse setzen sich jedoch, analog zu dem nitrierten Flanschmaterial, nicht weiter in das Material hinein fort. Die lichtmikroskopischen Aufnahmen hierzu sind im Anhang aufgeführt.

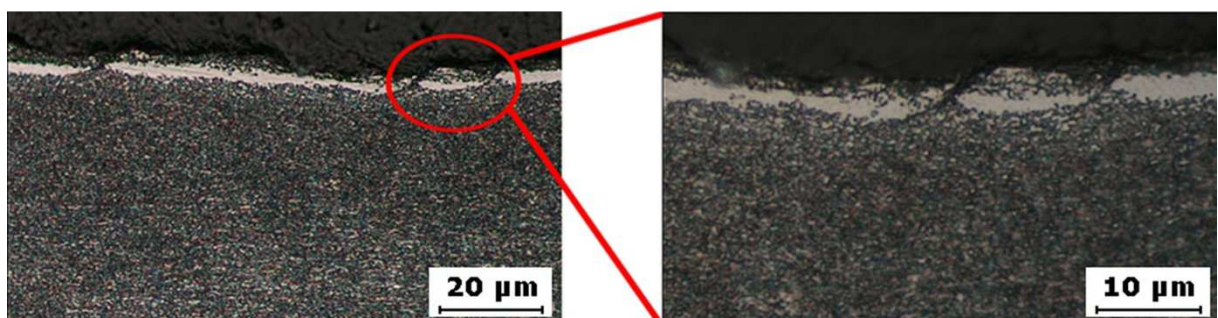


Abb. 65: ZStE 500 nitriert 500°C 10h, lichtmikroskopische Aufnahmen der Flanschoberseite im Querschliff nach zyklischer Belastung; es treten Risse in der Verbindungsschicht der dauerfesten Proben auf.

4.1.7. Zyklische Stabilität

Der Einfluss einer zyklischen Belastung auf das Gefüge und die mechanischen Eigenschaften von Spaltprofilen wurde an unter 3-Punkt-Biegebelastung ermüdeten Proben ermittelt. Vergleichend zu den ermüdeten Proben wurde der nicht ermüdete Zustand als Referenz untersucht.

Gefüge

Um den Einfluss einer zyklischen mechanischen Belastung auf die UFG Gefüge in Spaltprofilen zu untersuchen, wurden EBSD-Messungen an Längsschliffen von ermüdeten sowie nicht ermüdeten Biegestäbchen durchgeführt. Die untersuchten ermüdeten Proben versagten nach jeweils ca. $8 \cdot 10^4$ Lastwechseln, die EBSD-Messungen wurden in $50 \mu\text{m}$ Abstand zur Flanschoberseite durchgeführt. Im Falle der ermüdeten Proben wurde am Risspfad gemessen. Es wurde jeweils der unbehandelte Zustand, der wärmebehandelte Zustand (500°C 10 h) sowie der nitrierte Zustand (500°C 10 h) betrachtet.

Durch die zyklische mechanische Belastung kommt es zu keiner Kornvergrößerung. Weder die flächenbezogene Korngröße, noch das Aspektverhältnis ändert sich durch eine Ermüdungsbelastung. Die pancake-Dicke bleibt ebenfalls konstant, mit Ausnahme der pancake-Dicke des wärmebehandelten Zustands (siehe Tabelle 13). Die wärmebehandelte Probe weist im ermüdeten Zustand eine niedrigere Korngröße auf.

Tabelle 13: Gefügeabmessungen ZStE 500 im Bereich des UFG Gefüges im Längsschliff ($50 \mu\text{m}$ Tiefe), vor und nach zyklischer mechanischer Belastung

	pancake-Dicke [μm]	Flächenbezogene Korngröße [μm]	Aspektverhältnis
Nitriert 500°C 10h	0,11	0,38	4
Nitriert 500°C 10h, ermüdet ($8 \cdot 10^4$ LW)	0,11	0,51	6
Wärmebeh. 500°C 10h	0,21	0,59	3
Wärmebeh. 500°C 10h, ermüdet ($8 \cdot 10^4$ LW)	0,12	0,69	4
Unbehandelt	0,10	0,43	5
Unbehandelt, ermüdet ($8 \cdot 10^4$ LW)	0,09	0,31	4

Mechanische Eigenschaften

Zur Untersuchung des Einflusses einer zyklischen mechanischen Belastung auf die mechanischen Eigenschaften der UFG Gefüge in Spaltprofilen wurden Härtemessungen an ermüdeten ($8 \cdot 10^4$ LW) Biegestäbchen, welche aus den Flanschen von Spaltprofilen entnommen wurden, durchgeführt. Die Härte wurde ausgehend vom Ermüdungsriss in einem konstanten Abstand von $50 \mu\text{m}$ zur Flanschoberseite an einem Längsschliff der Probe bestimmt.

Die Ermüdungsbelastung bewirkt keine Änderung der Härte im Bereich des Ermüdungsrisses (Abb. 66). Dies gilt für den unbehandelten, den wärmebehandelten (500°C 10h) sowie den nitrierten (500°C 10h) Zustand. Die Härte liegt jeweils bei einem konstanten Wert. Die Härteniveaus der verschiedenen Zustände unterscheiden sich erwartungsgemäß; während Nitrieren zu einer Härtesteigerung führt, nimmt die Härte durch eine Wärmebehandlung ab.

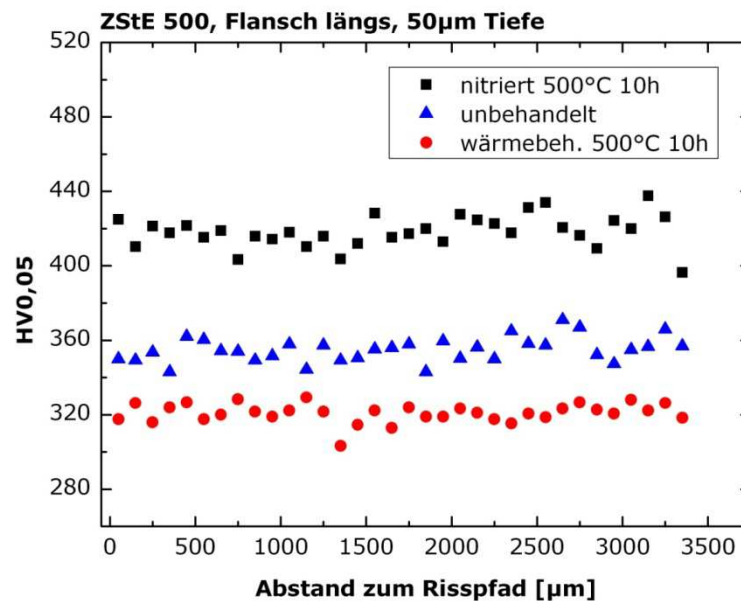


Abb. 66: ZStE 500 Spaltprofil, Härtemessungen an ermüdeten ($8 \cdot 10^4$ LW) Flanschen im Längsschliff in $50 \mu\text{m}$ Tiefe

4.1.8. Wälzverschleiß

Wälzverschleißuntersuchungen wurden an Spaltprofilen aus ZStE 340 durchgeführt. Das Verschleißverhalten von Spaltprofilen hat sich durch die Bildung von UFG Gefügen im Vergleich zu den Verschleißseigenschaften des Coilmaterials deutlich verbessert [Müggenburg, 2012]. Nitrieren (500°C 30 h) führt zu einer weiteren Verbesserung der Verschleißseigenschaften von UFG Gefügen.

Gefüge

Die Flanschoberseiten eines unbehandelten sowie eines nitrierten (500°C 30 h) Spaltprofils wurden einer Wälzbeanspruchung ausgesetzt ($F = 1 \text{ kN}$; $3,5 \cdot 10^5$ Überrollungen).

Das unbehandelte Spaltprofil zeigt im Gefüge deutliche Auswirkungen der Wälzbeanspruchung. Die zeilige, parallel zur Flanschoberfläche ausgerichtete Gefügestruktur ist durch die Wälzbeanspruchung verkippt, es kommt zu der Ausbildung von Rissen und Oxidbildung [Müggenburg, 2012]. Eine gleichartige Wälzbeanspruchung hat auf das Gefüge eines nitrierten (500°C 30 h) Spaltprofils kaum eine Auswirkung. Die zeilige UFG Gefügestruktur bleibt erhalten, es bilden sich keine Risse oder Oxide im Gefüge aus. Nach $3,5 \cdot 10^5$ Überrollungen zeigt sich keine Abnutzung der Verbindungsschicht. Die Verbindungsschicht zeigt vereinzelte Risse, zu Ausbrüchen kommt es nicht (siehe Abb. 67).

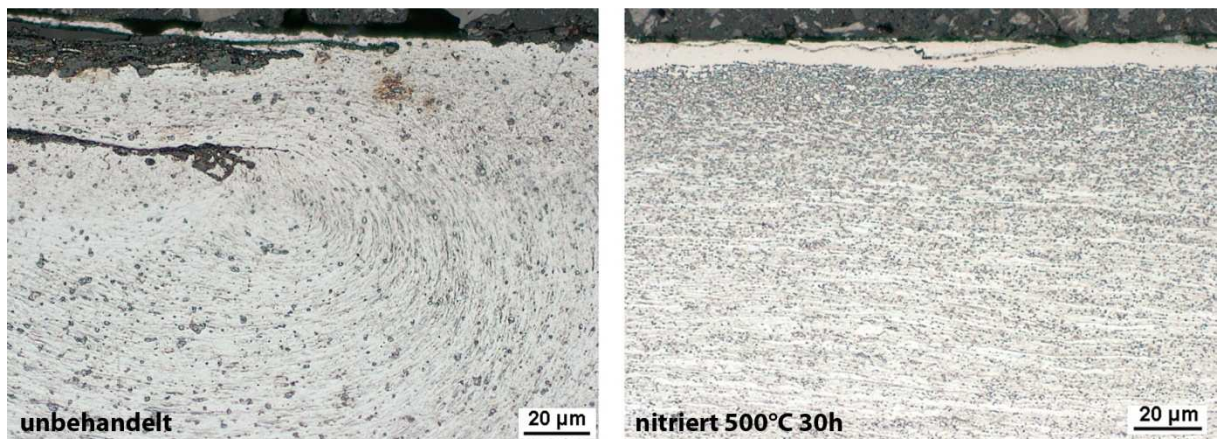


Abb. 67: ZStE 340 Spaltprofil, lichtmikroskopische Aufnahmen der Flanschoberseite nach $3,5 \cdot 10^5$ Überrollungen ($F = 1 \text{ kN}$) im unbehandelten (links) sowie im nitrierten Zustand (rechts)

Härte

Nach [Müggenburg, 2012] kommt es zu keiner Änderung der Härte von UFG Gefügen in Spaltprofilen durch eine Wälzbeanspruchung. Ebenso verhält es sich mit nitrierten Spaltprofilen. Härtemessungen an Profilquerschliffen zeigen, dass eine Wälzbeanspruchung mit $F = 1 \text{ kN}$ und $3,5 \cdot 10^5$ Überrollungen zu keiner Härteänderung führt.

4.2. Kugelstrahlen

4.2.1. Gefüge

DD11 im Anlieferungszustand (Platinenmaterial)

Der unlegierte Stahl DD11 weist im Anlieferungszustand ein ferritisch-perlitisches Gefüge auf (Abb. 68). Die Korngröße des Ferrits wurde lichtmikroskopisch mithilfe des Linienschnittverfahrens zu $10\text{ }\mu\text{m}$ bestimmt, der Perlitanteil liegt bei 15 %. Es liegt keine Streckung des Gefüges in Walzrichtung vor.

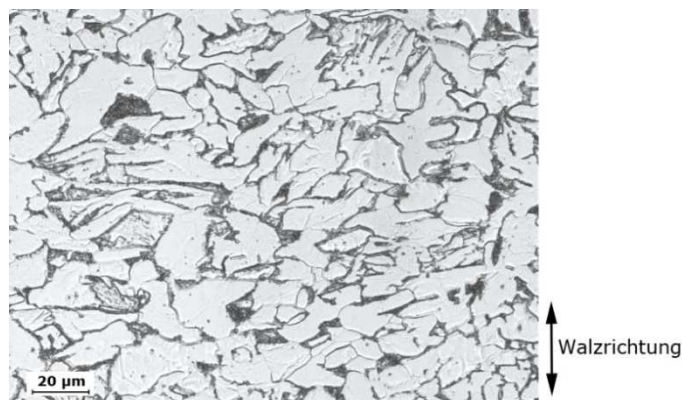


Abb. 68: Lichtmikroskopische Gefügaufnahme, DD11 im Anlieferungszustand

Spaltbiegeprofil, ungestrahlt

Analog zum Spaltprofilieren nimmt die Korngröße in Spaltbiegeprofilen in den Bereichen höchster Umformgrade, d.h. im Bereich der Flanschoberseite sowie im Bereich der Oberfläche des gedünnten Steges, auf lichtmikroskopisch nicht mehr auflösbare Korngrößen ab. Im Lichtmikroskop ist eine zeilige Struktur des Gefüges in Fließrichtung zu erkennen (Abb. 69, links). Mittels EBSD-Messungen kann das Gefüge aufgelöst (Abb. 69, rechts) und die Korngröße bestimmt werden.

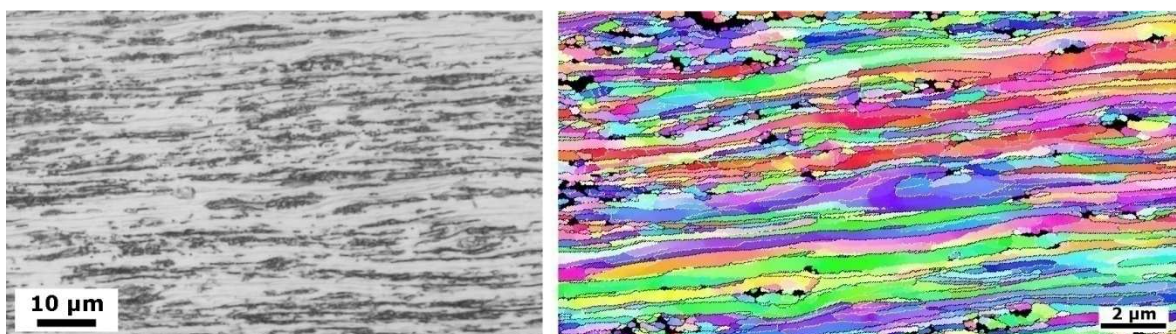


Abb. 69: DD11 Spaltbiegeprofil, Gefüge in 100 µm Abstand zur gespaltenen Oberfläche lichtmikroskopisch (links) sowie mittels EBSD (rechts) dargestellt

In Spaltbiegeprofilen liegt ein Gefügegradient über die Dicke der Flansche bzw. des gedünnten Steges vor. Spaltbiegeprofile aus DD11 weisen im Bereich der gespaltenen Oberflächen bis in eine Tiefe von ca. 500 μm UFG Gefüge auf. Mit zunehmendem Abstand zu der gespaltenen Oberfläche werden die Körner gröber und gleichachsiger und das UFG Gefüge geht in ein kaltverfestigtes Gefüge über. Die UFG Gefüge in Spaltbiegeprofilen weisen eine pancake-förmige Kornform auf (siehe Abschnitt 3.3.4.).

Die zur Charakterisierung des Gefüges verwendeten Größen sind die pancake-Dicke, die flächenbezogene Korngröße sowie das Aspektverhältnis. Die genaue Bedeutung dieser Größen ist in Abschnitt 4.6.3. wiedergegeben. An einem Probenquerschnitt eines unbehandelten Spaltbiegeprofils aus DD11 wurden die oben genannten Größen in 50 μm und 100 μm Abstand zur Oberfläche des gedünnten Steges bestimmt, sie sind Tabelle 14 zu entnehmen.

Tabelle 14: DD11 Spaltbiegeprofil; pancake-Dicke, flächenbezogene Korngröße und Aspektverhältnis des UFG Gefüges in 50 μm bzw. 100 μm Tiefe

	pancake-Dicke [μm]	Flächenbezogene Korngröße [μm]	Aspekt- verhältnis
50μm Tiefe	0,14	0,9	8
100μm Tiefe	0,16	1,0	7

Spaltbiegeprofil, kugelgestrahlt

Kugelstrahlen von Spaltbiegeprofilen aus DD11 wurde mit der Druckstrahlmethode bei Strahldrücken von 1, 2, 3, 4 und 5 bar (Strahlmittel SCCW14; 0,355 mm Durchmesser) durchgeführt. Die Ober- sowie die Unterseite der Profile wurde für jeweils 120 s kugelgestrahlt, d.h. die Gesamtstrahldauer betrug 4 Minuten.

Durch die Strahlmitteleinschläge kommt es zu einer Aufrauung der Oberfläche. Die zeilige, parallel zur Oberfläche ausgerichtete Gefügestruktur im Bereich des UFG Gefüges wird durch die Kugelstrahlbehandlung mit zunehmendem Strahldruck vermehrt verkippt (Abb. 70, rote Markierung, bzw. Abb. 72). An der Unterseite des gedünnten Steges kommt es ebenfalls zu einer Oberflächenaufrauung, das Gefüge bleibt jedoch unverändert (siehe Abb. 70).

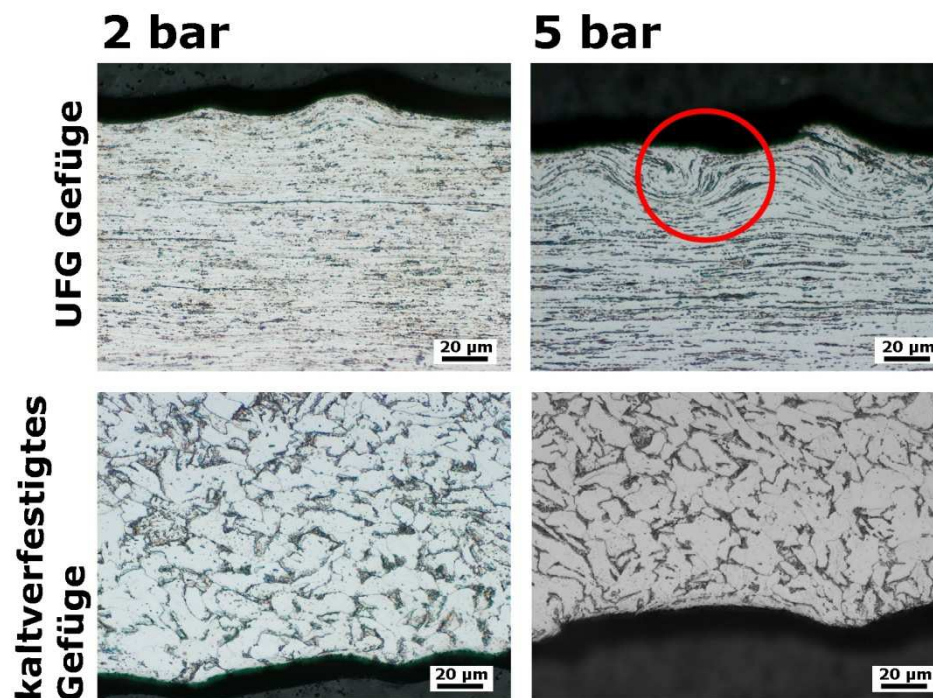


Abb. 70: DD11 Spaltbiegeprofil, lichtmikroskopische Gefügaufnahmen nach dem Kugelstrahlen mit 2 bzw. 5 bar Strahldruck an der Oberseite (UFG Gefüge) sowie der Unterseite (kaltverfestigtes Gefüge) des gedünnten Steges

Zur Beseitigung der Rauigkeit wurden mit 4 bar kugelgestrahlte Biegestäbchen des gedünnten Stegs elektrolytisch poliert. Hierbei kam es zu einem Oberflächenabtrag von ca. $50\text{ }\mu\text{m}$, der Bereich des UFG Gefüges (bis in $500\text{ }\mu\text{m}$ Tiefe) wurde somit nicht vollständig abgetragen. Der Probenbereich, welcher eine Verkipfung der pancake-förmigen Körner im Bereich des UFG Gefüges zeigte, wurde durch das elektrolytische Polieren vollständig abgetragen (siehe Abb. 71).



Abb. 71: DD11 Spaltbiegeprofil, lichtmikroskopische Gefügaufnahme nach dem Kugelstrahlen mit 4 bar Strahldruck und anschließendem elektrolytischen Polieren an der Oberseite (UFG Gefüge) des gedünnten Steges

Die pancake-förmige Gefügestruktur im Bereich des UFG Gefüges bleibt auch nach dem Kugelstrahlen erhalten, selbst ein Strahldruck von 5 bar führt nicht zu einer Segmentierung des pancake-förmigen UFG Gefüges (siehe Abb. 72). Sowohl das Aspektverhältnis, als auch die flächenbezogene Korngröße bleiben nahezu konstant. Auch längere Strahldauern bei einem Strahldruck von 5 bar (40 Minuten) sowie Kugelstrahlen mit größerem Strahlmittel (S330; 0,8 mm Durchmesser; Strahldauer 4 Minuten) bei 5 bar Strahldruck führen nicht zu einer Segmentierung des pancake-förmigen UFG Gefüges.

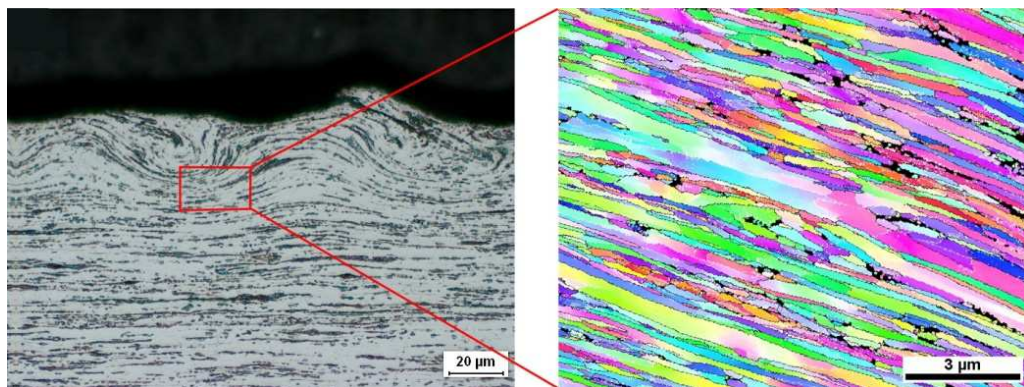


Abb. 72: DD11 Spaltbiegeprofil, UFG Gefüge an der Oberseite des gedünnten Steges, kugelgestrahlt mit 5 bar Strahldruck, lichtmikroskopische Gefügeaufnahme (links), EBSD-Aufnahme (rechts)

4.2.2. Rauigkeit

Kugelstrahlen führt durch die Strahlmitteleinschläge zu einer Oberflächenaufrauung, welche sich negativ auf die Ermüdungseigenschaften kugelgestrahlter Bauteile auswirken kann. Die Rauigkeit wurde mithilfe eines Laserscanningmikroskops nach ISO 4288 an den kugelgestrahlten Proben sowie dem ungestrahlten Material als Referenz bestimmt.

Platine

Das DD11 Platinenmaterial weist im ungestrahlten Zustand nur eine geringe Oberflächenrauigkeit von $R_a = 0,4 \mu\text{m}$ bzw. $R_z = 3,3 \mu\text{m}$ auf. Diese nimmt mit steigendem Strahldruck stetig zu. Die bei einem Strahldruck von 5 bar erreichten, maximalen Rauigkeiten betragen $R_a = 5,6 \mu\text{m}$ bzw. $R_z = 40,5 \mu\text{m}$ (5 bar Strahldruck) (siehe Tabelle 15).

Tabelle 15: Rauigkeiten von kugelgestrahltem DD11 Platinenmaterial

DD11, Platine	R _a [μm]	R _z [μm]
ungestrahlt	0,4	3,3
1 bar	1,8	10,6
2 bar	2,9	18,6
3 bar	3,5	22,5
4 bar	5,0	31,9
5 bar	5,6	40,5

Gedünnter Steg

Die ultrafeinkörnigen Oberflächen des gedünnten Steges von Spaltbiegeprofilen sind deutlich glatter als die Oberflächen des Platinenmaterials. Dieses zeigt im Vergleich zu dem gedünnten Steg eine um 3- bis 4-fach höhere Rauigkeit (Vgl. Tabelle 15 und Tabelle 16).

Im kugelgestrahlten Zustand nimmt die Rauigkeit des gedünnten Steges mit steigendem Strahlendruck auf bis zu R_a = 6,1 μm bzw. R_z = 37,2 μm (5 bar Strahlendruck) zu. Extreme Strahlbedingungen (längere Strahldauer bzw. gröberes Strahlmittel) führen zu einer noch stärkeren Oberflächenaufräumung des gedünnten Steges (bis zu R_a = 8,8 μm bzw. R_z = 53,1 μm), siehe Tabelle 16.

Trotz der höheren Härte des gedünnten Steges besteht nach dem Kugelstrahlen kaum ein Unterschied zwischen den Rauigkeiten von Platinenmaterial und dem gedünnten Steg (Vgl. Tabelle 15 und Tabelle 16).

Um die durch das Kugelstrahlen hervorgerufene starke Rauigkeit zu eliminieren, wurden kugelgestrahlte Spaltbiegeprofile (4 bar Strahlendruck) elektrolytisch poliert. Die Rauigkeit reduziert sich dadurch auf R_a = 0,8 μm bzw. R_z = 4,2 μm und ist damit etwas höher als im ungestrahlten Zustand, jedoch deutlich niedriger als nach dem Kugelstrahlen mit 4 bar Strahlendruck (R_a = 4,3 μm bzw. R_z = 24,5 μm) (siehe Tabelle 16).

Tabelle 16: Rauigkeiten von kugelgestrahltem DD11 Spaltbiegeprofil (gedünnter Steg, ultrafeinkörnige Oberfläche)

DD11, gedünnter Steg	R _a [μm]	R _z [μm]
ungestrahlt	0,1	1,2
1 bar	1,6	8,8
2 bar	2,3	17,5
3 bar	3,0	21,4
4 bar	4,3	24,5
5 bar	6,1	37,2
5 bar, S330	8,8	53,1
5 bar, 40 min	6,9	50,7
4 bar, elektrolytisch poliert	0,8	4,2

4.2.3. Eigenspannungen

Kugelstrahlen führt zu der Entwicklung von Druckeigenspannungen im gestrahlten Werkstück. Zur Ermittlung des Eigenspannungszustandes in kugelgestrahlten Spaltbiegeprofilen wurde der gedünnte Steg der Profile abgetrennt und mit der Bohrlochmethode auf Eigenspannungen hin untersucht. Es wurde hierbei zwischen den Eigenspannungen in Richtung der Flanschspitzen (x) sowie den Eigenspannungen in Blechvorschubrichtung (y) unterschieden. Vergleichende Untersuchungen wurden an ungestrahltem sowie kugelgestrahltem DD11 Platinenmaterial durchgeführt.

Platine

Das Platinenmaterial zeigt im unbehandelten Zustand im Oberflächenbereich Druckeigenspannungen (ca. -100 MPa), Abb. 73 zeigt dies für die beiden Hauptspannungen σ_x und σ_y . Kugelstrahlen mit einem Strahldruck von 1 bar erhöht die Druckeigenspannungen bis auf ca. -250 MPa, 5 bar Strahldruck bis auf ca. -300 bis -350 MPa. Der höhere Strahldruck bewirkt nicht nur eine Erhöhung der Druckeigenspannungen, die Reichweite der Druckeigenspannungen in die Bauteiloberfläche hinein erhöht sich ebenfalls von ca. 0,1 mm (1 bar) auf ca. 0,2 mm (5 bar), siehe Abb. 73.

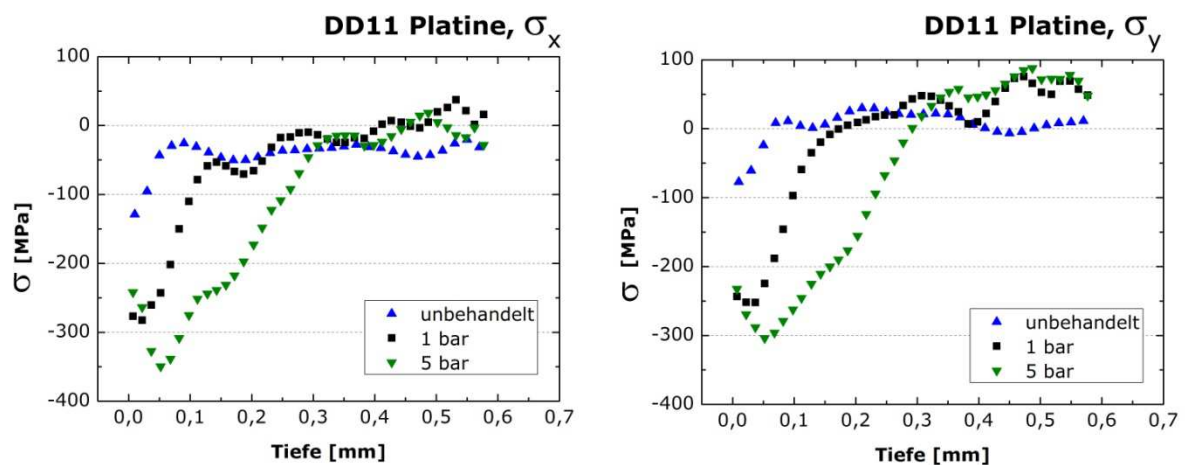


Abb. 73: DD11 Platinenmaterial, Eigenspannungen durch die Kugelstrahlbehandlung in Richtung der beiden Hauptspannungen σ_x und σ_y

Gedünnter Steg

Im unbehandelten Zustand liegen in Blechvorschubrichtung Zugeigenspannungen bis zu ca. 100 MPa vor. Senkrecht zur Blechvorschubrichtung, d.h. in Richtung der Flanschspitzen, treten Druckeigenspannungen in Höhe von ca. -100 MPa auf. Die kugelgestrahlten Profile zeigen mit steigendem Strahldruck zunehmend Druckeigenspannungen, die bei -550 MPa in Blechvorschubrichtung (y) bzw. -600 MPa senkrecht dazu (x) einen Maximalwert erreichen (siehe Abb. 74). Ab einer Tiefe von ca. 0,1 mm weisen die Druckeigenspannungen im mit 4 bzw. 5 bar kugelgestrahlten Zustand kaum einen Unterschied mehr auf. Während die Eigenspannungen des bei 1 bzw. 4 bar kugelgestrahlten Zustandes im gemessenen Bereich jedoch stets im Druckspannungsbereich bzw. im eigenspannungsfreien Zustand vorliegen, gehen die Eigenspannungen im Falle des mit 5 bar kugelgestrahlten Zustandes ab einer Tiefe von ca. 1 mm in Zugeigenspannungen über.

Die Druckeigenspannungen, welche sich durch das Kugelstrahlen ausbilden, liegen im gedünnten Steg (UFG Gefüge) deutlich höher als im Platinenmaterial. So werden im gedünnten Steg beispielsweise nach dem Kugelstrahlen mit 1 bar Strahldruck Druckeigenspannungen in Höhe von ca. -400 MPa eingebracht, während im Platinenmaterial bei gleichem Strahldruck lediglich Druckeigenspannungen in Höhe von -250 bis -300 bar vorliegen (Vgl. Abb. 73 und Abb. 74).

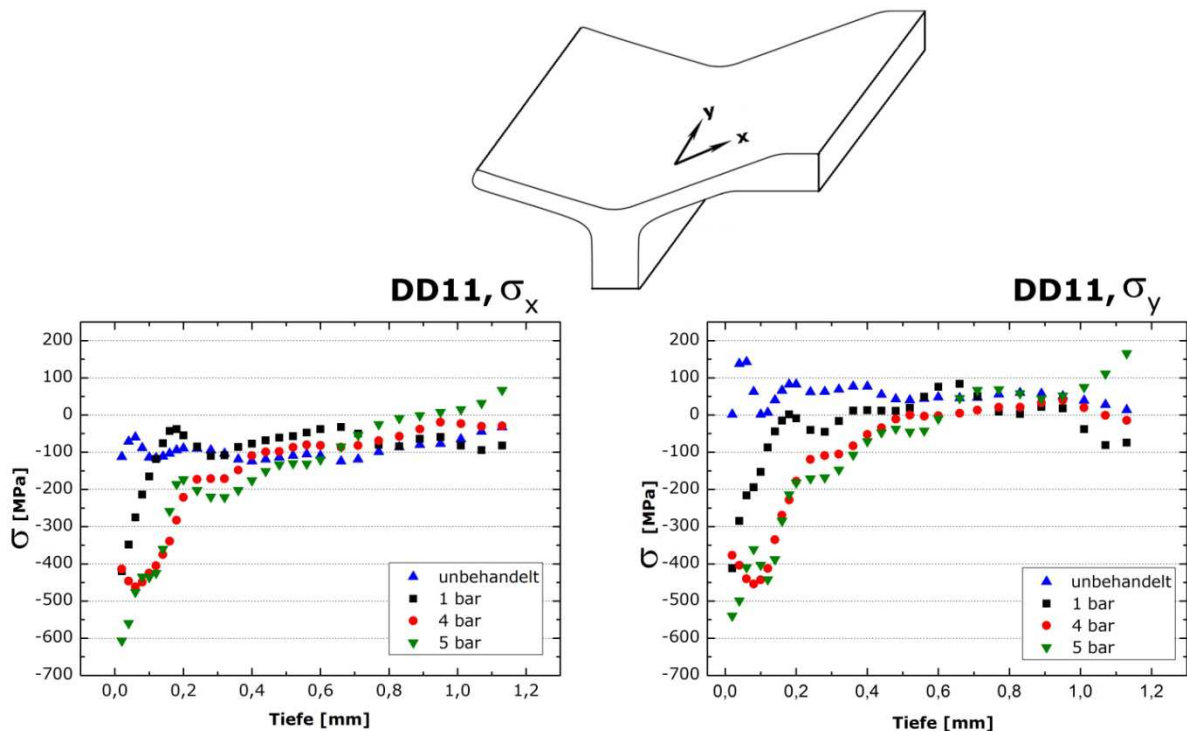


Abb. 74: DD11 Spaltbiegeprofil, gedünnter Steg, Eigenspannungen in Blechvorschubrichtung (y; rechts) sowie senkrecht zur Blechvorschubrichtung (x; links)

4.2.4. Härte

Kugelstrahlen kann neben der Bildung von Druckeigenspannungen auch zu einer Verfestigung des gestrahlten Werkstückes führen. Ob Kugelstrahlen von Spaltbiegeprofilen bzw. DD11 Platinenmaterial zu einer Verfestigung des Materials führt, wird durch Härtemessung an Querschliffen des DD11 Platinenmaterials bzw. des gedünnten Steges untersucht.

Platine

Das DD11 Platinenmaterial weist im Anlieferungszustand eine Härte von 150 HV_{0,05} auf. Durch die Kugelstrahlbehandlung kommt es zu einer Härtezunahme in den Randbereichen, dies ist exemplarisch für die mit 3, 4 und 5 bar Strahldruck kugelgestrahlten Zustände in Abb. 75 gezeigt. Mit 4 bzw. 5 bar Strahldruck wird im oberflächennahen Bereich des Platinenmaterials eine Härte von ca. 200 HV_{0,05} erreicht, dies entspricht einer Härtezunahme von ca. 30 %. Ein geringerer Strahldruck (1 bzw. 2 bar) führt im Randbereich der Platine zu einer Härte von ca. 180 HV_{0,05}.

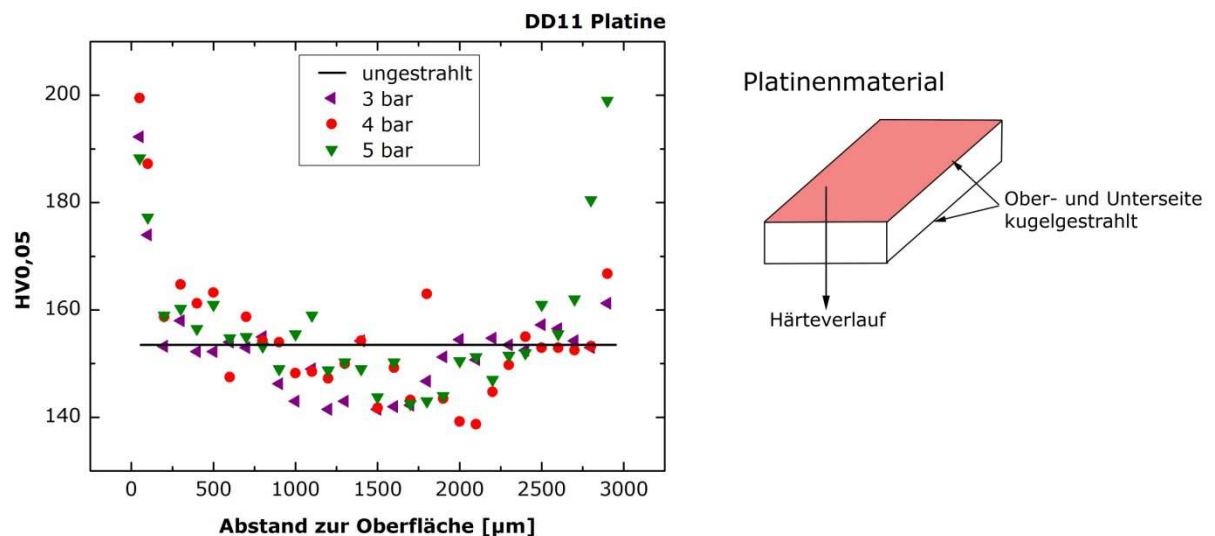


Abb. 75: Härtemessungen an kugelgestrahltem DD11 Platinenmaterial

Gedünnter Steg

Durch den Gefügegradienten in spaltgebogenen Bauteilen liegt auch ein Gradient in den mechanischen Eigenschaften vor. So fällt die Härte ausgehend von der gespaltenen Oberfläche mit ultrafeinkörnigem Gefüge hin zur kaltverfestigten Profilunterseite kontinuierlich ab. Im Bereich der Oberfläche (UFG Gefüge) liegt die Härte bei ca. 370 HV0,05 und liegt damit um ca. 160 % höher als die Härte des Platinenmaterials. An der kaltverfestigten Profilunterseite liegt die Härte mit ca. 200 HV0,05 noch um ca. 35 % oberhalb der Härte des Platinenmaterials.

Durch Kugelstrahlen mit Strahldrücken von 1, 2, 3, 4 bzw. 5 bar kommt es zu keiner signifikanten Härtezunahme im Bereich des UFG Gefüges; Abb. 76 zeigt dies exemplarisch für die mit 4 und 5 bar kugelgestrahlten Zustände. Auch an der kaltverfestigten Unterseite des gedünnten Steges ändert sich die Härte durch das Kugelstrahlen nicht, d.h. weder im Bereich des UFG Gefüges noch im kaltverfestigten Bereich des Gefüges führt Kugelstrahlen zu einer messbaren Verfestigung.

Auch extreme Kugelstrahlbedingungen (5 bar, S330, 4 min bzw. 5 bar, SCCW14, 40 min) führen zu keiner signifikanten Härtezunahme, weder an der Flanschober- noch an der Flanschunterseite.

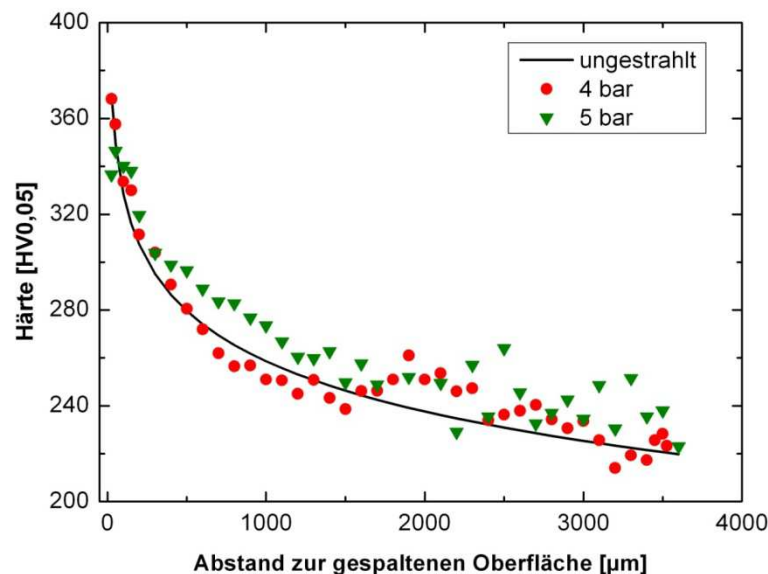


Abb. 76: DD11, Härtmessungen an Querschliffen des kugelgestrahlten, gedünnten Steges

4.2.5. Ermüdung

Zur Validierung des Einflusses einer Kugelstrahlbehandlung auf die Ermüdungseigenschaften von UFG Gefügen in Spaltbiegeprofilen wurden Biegestäbchen im ungestrahlten sowie im kugelgestrahlten Zustand aus dem Bereich des gedünnten Steges entnommen und unter 3-Punkt-Biegebelastung bei einem Belastungsverhältnis von $R = 0,2$ ermüdet. Das UFG Gefüge befand sich hierbei im Bereich der maximalen Zugspannungen. Die maximal auftretenden Zugspannungen wurden durch die Balkentheorie nach Formel 4 abgeschätzt. Vergleichende Untersuchungen wurden an DD11 Platinenmaterial durchgeführt.

DD11, ungestrahlt

Die Durchläufer des **Platinenmaterials**, d.h. Proben die auch nach 10^7 Lastwechseln nicht versagten, zeigten eine deutliche Verformung. Diese Verformung verändert die Probengeometrie und damit die Spannungsverteilung innerhalb der Probe; die Balkentheorie ist somit nicht mehr gültig. Um die tatsächlich wirksamen Maximalspannungen zu ermitteln, wurden Simulationsrechnungen in *Abaqus* (impliziter Solver) zur Ermittlung der wahren Spannungsverteilungen durchgeführt. In der Simulation wurde für die Auflager (Rollen) der 3-Punkt-Biegebelastung ein linear-elastisches Materialmodell verwendet. Für die Biegestäbchen des DD11 Platinenmaterials wurde eine Fließkurve des DD11 Platinenmaterials implementiert. Bei den Simulationen wurde zunächst die Maximallast F_{\max} eines Lastzyklus aufgebracht, anschließend wurde sie auf die Minimallast F_{\min} reduziert. Die in der äußeren Faser wirksamen Spannungen wurden mithilfe eines in *Abaqus* entwickelten 3-D-Modells berechnet und sind in dem Wöhlerdiagramm in Abb. 77 integriert. Die durch die FEM Modellierung berechneten Durchbiegungen der Proben stimmen mit den tatsächlichen Durchbiegungen gut überein, die Ergebnisse der Modellierung erscheinen somit plausibel.

Die spaltgebogenen Proben, welche aus dem gedünnten Steg entnommen wurden, zeigen keine Verformung. Es wurde daher für diese Proben auf eine Simulation verzichtet.

Durch die Bildung von UFG Gefügen während des **Spaltbiegens** kommt es zu einer enormen Steigerung der Ermüdungsfestigkeit. Im ungestrahlten Zustand liegt die Dauerfestigkeit des UFG Gefüges mit ca. 415 MPa deutlich oberhalb der Dauerfestigkeit des Platinenmaterials (siehe Abb. 77). Die Lebensdauer nimmt durch das Spaltbiegen um ca. 25 % zu. Wird die Durchbiegung der Proben des Platinenmaterials mitberücksichtigt, liegt die Lebensdauerzunahme des spaltgebogenen, ultrafeinkörnigen Zustands, bezogen auf die durch Abaqus korrigierten Werte, sogar bei ca. 60 %.

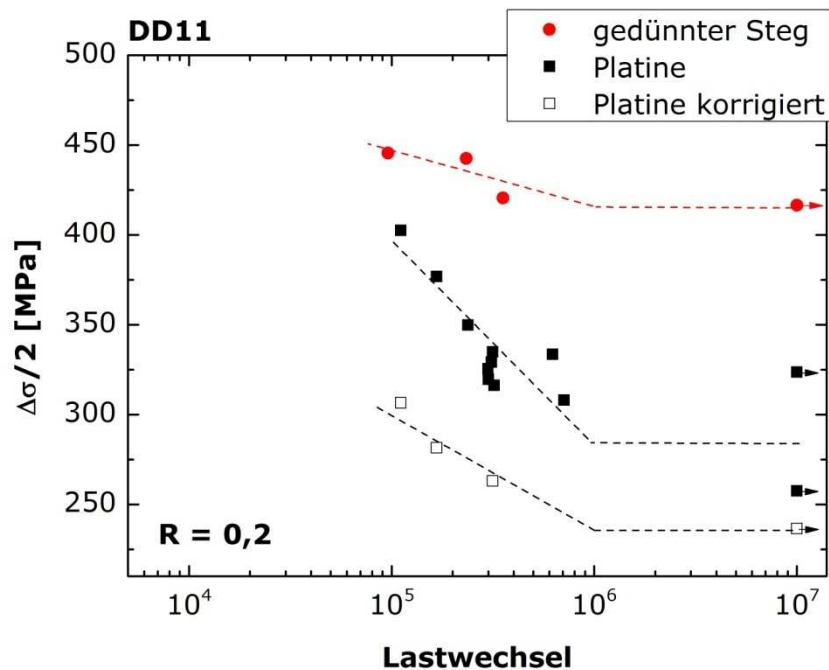


Abb. 77: DD11 ungestrahlt, Wöhlerkurve für Platinenmaterial und den gedünnten Steg, 3-Punkt-Biegebelastung, $R = 0,2$

DD11, kugelgestrahlt

DD11 **Platinen**material wurde mit Strahldrücken von 1, 2, 3, 4, und 5 bar kugelgestrahlt. Zur Ermittlung des optimalen Strahldruckes wurden die kugelgestrahlten Proben sowie der ungestrahlte Zustand bei gleichen Lasthorizonten ($\Delta\sigma/2 = 330$ MPa bzw. $\Delta\sigma/2 = 350$ MPa) ermüdet. Analog zu dem ungestrahlten Platinenmaterial zeigen die kugelgestrahlten Proben ebenfalls eine Durchbiegung. Die Auswirkungen der Durchbiegung auf die wirksamen Spannungen liegen im mit geringen Strahldrücken (1, 2 bar) kugelgestrahlten Zustand in der gleichen Größenordnung wie im ungestrahlten Zustand. Mit zunehmendem Strahldruck wird die Durchbiegung geringer und die wirksamen Spannungen nehmen zu, die genauen Werte sind den Tabellen im Anhang zu entnehmen. Bedingt durch die bei hohem Strahldruck größeren wirksamen Spannungen, nehmen die ertragenen Lastwechsel im Platinenmaterial mit steigendem Strahldruck ab (siehe Abb. 78). Unter Berücksichtigung der durch Abaqus berechneten, tatsächlich wirksamen Spannungen (siehe Tabelle im Anhang) zeigen die kugelgestrahlten Proben des DD11 Platinenmaterials keine signifikanten Änderungen bzw. Verbesserungen der Ermüdungseigenschaften.

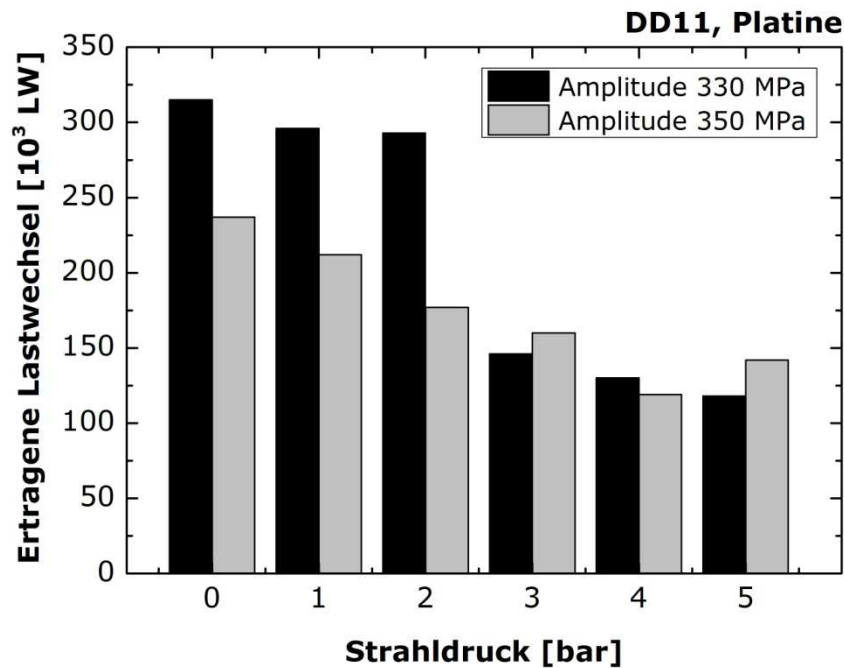


Abb. 78: DD11 Platinenmaterial, ertragene Lastwechsel bei einer Amplitude $\Delta\sigma/2$ von 330 MPa und 350 MPa ($R = 0,2$) für den ungestrahlten Zustand (0 bar) sowie die mit 1 bar bis 5 bar kugelgestrahlten Zustände

Analog zu dem Platinenmaterial wurden die **Spaltbiegeprofile** mit 1,2 ,3 ,4 und 5 bar Strahldruck kugelgestrahlt. Hierbei kam es nicht zu einer Durchbiegung der Proben, die maximal wirksamen Spannungen konnten daher über die Balkentheorie berechnet werden.

Zur Ermittlung der optimalen Kugelstrahlparameter wurden die kugelgestrahlten UFG Gefüge bei gleichem Lasthorizont ($\Delta\sigma/2 = 400$ MPa) bis zum Bruch ermüdet. Ein Strahldruck von 4 bar erwies sich hierbei als optimaler Zustand. Während die bei 1, 2, 3 und 5 bar kugelgestrahlten Profile bei einer Amplitude von 400 MPa jeweils versagten, zeigte die mit 4 bar kugelgestrahlte Probe dauerfestes Verhalten (siehe Tabelle 17).

Tabelle 17: DD11 Spaltbiegeprofile, gedünnter Steg, ertragene Lastwechsel bei einer Amplitude von $\Delta\sigma/2 = 400$ MPa ($R = 0,2$)

Strahldruck	Ertragene Lastwechsel
1 bar	190.000
2 bar	160.000
3 bar	520.000
4 bar	10^7
5 bar	230.000

Die für einen Strahldruck von 4 bar ermittelte Wöhlerkurve liegt im Vergleich zu der Wöhlerkurve des unbehandelten UFG Materials tendenziell bei geringeren Lebensdauern sowie bei einer um ca. 4% niedrigeren Dauerfestigkeit (siehe Abb. 79). Selbst für optimierte Strahlparameter verbessert sich die Ermüdungsfestigkeit kugelgestrahlter UFG Gefüge somit nicht im Vergleich zu dem ungestrahlten Zustand. Auf Durchläufern kugelgestrahlter Biegestäbchen konnten keinerlei Risse festgestellt werden, d.h. ein einmal gebildeter Riss wurde durch die Druckeigenspannungen nicht in seiner Ausbreitung gestoppt.

Die durch das Kugelstrahlen verursachte starke Oberflächenaufrauung wirkt sich negativ auf die Ermüdungseigenschaften aus. Um den positiven Einfluss der Druckeigenspannungen auf die Ermüdungseigenschaften von UFG Gefügen separiert vom negativen Einfluss der Rauigkeit betrachten zu können, wurden die mit 4 bar Strahldruck kugelgestrahlten Biegestäbchen elektrolytisch poliert. Durch die Minimierung der Rauigkeit wird die Wöhlerkurve hin zu höheren Lebensdauern verschoben. Die elektrolytisch polierte Probe weist höhere Lebensdauern sowie eine im Vergleich zum ungestrahlten Zustand um ca. 7 % höhere Dauerfestigkeit auf.

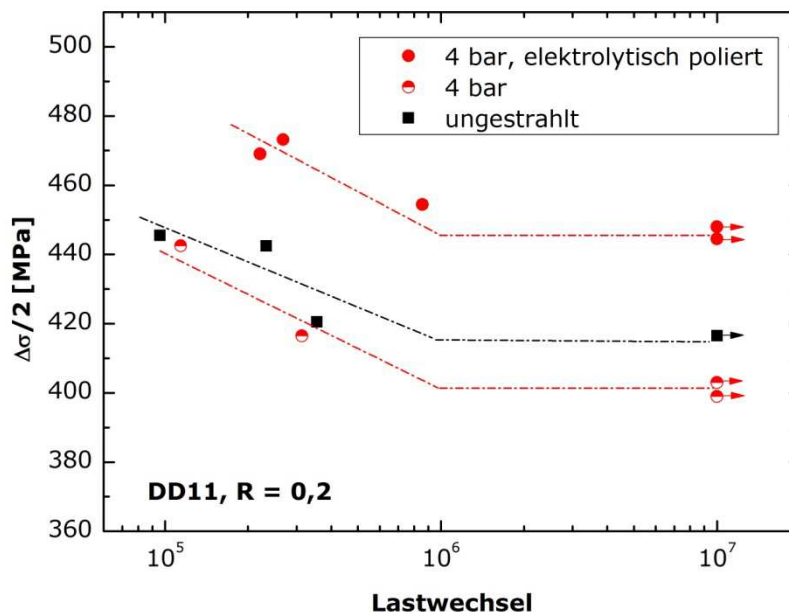


Abb. 79: DD11 Spaltbiegeprofil, Wöhlerkurve für den gedünnten Steg (UFG Gefüge), 3-Punkt-Biegebelastung, $R = 0,2$

4.2.6. Zyklische Stabilität

Der Einfluss einer zyklischen Belastung auf das Gefüge und die mechanischen Eigenschaften von Spaltbiegeprofilen wurde an unter 3-Punkt-Biegebelastung ermüdeten Proben untersucht. Vergleichend zu den ermüdeten Proben wurde der nicht ermüdete Zustand als Referenz untersucht.

Gefüge

Um den Einfluss einer zyklischen mechanischen Belastung auf die UFG Gefüge in Spaltbiegeprofilen zu untersuchen, wurden EBSD-Messungen an Längsschliffen von ermüdeten sowie nicht ermüdeten Biegestäbchen aus dem Bereich des gedünnten Steges durchgeführt. Das Gefüge wurde in 25 μm Abstand zur Oberfläche des gedünnten Steges am Risspfad bzw. an nicht ermüdeten Proben untersucht.

Durch die zyklische mechanische Beanspruchung kommt es zu keiner Gefügeveränderung im UFG Gefüge. Sowohl die pancake-Dicke, als auch das Aspektverhältnis bleiben konstant (siehe Tabelle 18). Während die flächenbezogene Korngröße im unbehandelten, ermüdeten Zustand leicht zunimmt, nimmt sie im Fall der kugelgestrahlten Probe nach der Ermüdungsbelastung etwas ab.

Tabelle 18: Gefügeabmessungen im Bereich des UFG Gefüges, 25 μm unterhalb der Oberfläche des gedünnten Steges im Längsschliff

DD11, UFG Gefüge	pancake-Dicke [μm]	Flächenbezogene Korngröße [μm]	Aspektverhältnis
ungestrahlt	0,10	0,57	5
ungestrahlt, ermüdet ($1,4 \cdot 10^5$ LW)	0,15	0,91	5
4 bar	0,13	0,66	5
4 bar, ermüdet ($1,1 \cdot 10^5$ LW)	0,11	0,57	5

Mechanische Eigenschaften

Zur Untersuchung des Einflusses einer zyklischen mechanischen Belastung auf die mechanischen Eigenschaften der UFG Gefüge in Spaltbiegeprofilen wurden Härtemessungen an ermüdeten sowie nicht ermüdeten Biegestäbchen durchgeführt. Die Härte wurde ausgehend vom Ermüdungsriss in einem konstanten Abstand zur Flanschoberseite an einem Längsschliff bestimmt.

Die Ermüdungsbelastung bewirkt keine Änderung der Härte im Bereich des Ermüdungsrisses, weder im unbehandelten noch im kugelgestrahlten Zustand. In Abb. 80 ist dies exemplarisch für den ungestrahlten Zustand sowie einen Strahldruck von 1 bar dargestellt. Die unveränderte Härte lässt darauf schließen, dass die mechanischen Eigenschaften auch bei zyklischer Belastung stabil bleiben, d.h. keine zyklische Entfestigung auftritt.

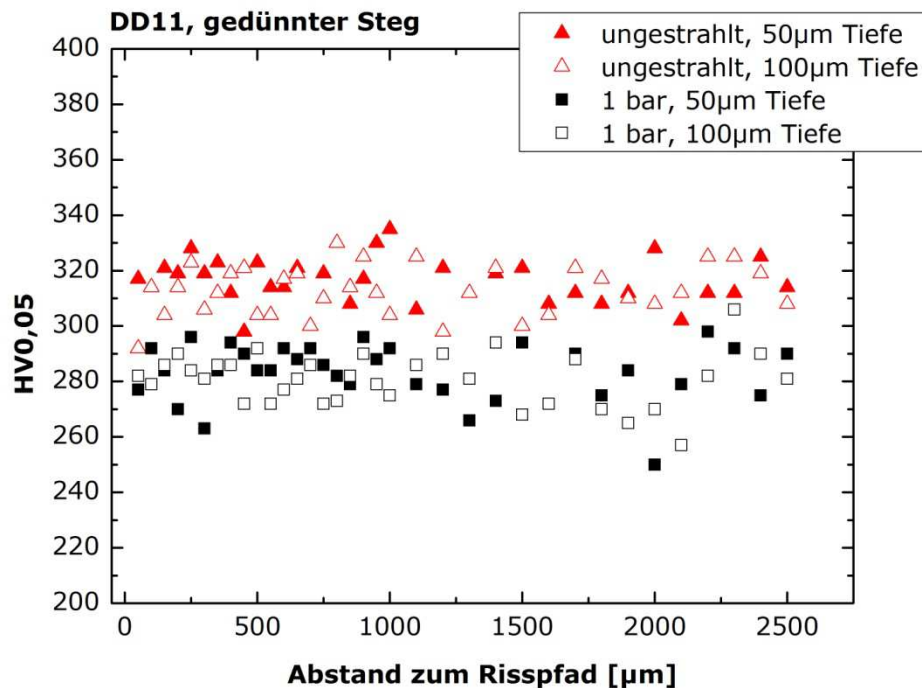


Abb. 80: DD11 Spaltbiegeprofil, Härtemessungen an unbehandelten sowie ermüdeten Proben im Längsschliff in 50 µm bzw. 100 µm Abstand zur Oberfläche des gedünnten Steges

5. Diskussion

Um das Einsatzspektrum spaltprofilerter sowie spaltgebogener Bauteile zu erweitern, sollen die Eigenschaften der ultrafeinkörnigen Gefüge in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen durch eine Plasmanitrierbehandlung bzw. durch Kugelstrahlen weiter verbessert werden. Da sich Spaltprofile durch ihre Geometrie besonders für die Anwendung als Linearführungen eignen, wird das Verfahren Plasmanitrieren eingesetzt, um die Härte und somit die Verschleißbeständigkeit der ultrafeinkörnigen Gefüge zu verbessern. Neben der Ermittlung geeigneter Prozessparameter wird in den folgenden Abschnitten der Einfluss des Plasmanitrierens auf die mechanischen und zyklischen Eigenschaften sowie auf die thermische Stabilität der UFG Gefüge in Spaltprofilen aus dem Stahl ZStE 500 diskutiert.

Da ultrafeinkörnige Gefüge durch ihre hohe Festigkeit ein großes Potential für das Einbringen von Druckeigenspannungen bieten, ist interessant inwiefern sich die Ermüdungseigenschaften ultrafeinkörniger Gefüge durch das Verfahren Kugelstrahlen weiter verbessern lassen. Der Einfluss von Kugelstrahlen auf das Gefüge und die Eigenschaften von UFG Gefügen in Spaltbiegeprofilen aus dem Werkstoff DD11 wird in den folgenden Abschnitten näher erläutert.

5.1. Plasmanitrieren von UFG Gefügen in Spaltprofilen

Plasmanitrieren der pancake-förmigen UFG Gefüge in Spaltprofilen resultiert in geschlossenen Verbindungsschichten sowie in einer gesteigerten Härte. Die im oberflächennahen Bereich des UFG Gefüges erzielte Härtesteigerung durch das Plasmanitrieren ist unabhängig von der Nitriertemperatur, d.h. auch das Nitrieren bei tiefen Nitriertemperaturen bewirkt eine deutlich ausgeprägte Härtezunahme. Im Fall der ultrafeinkörnigen Gefüge werden auch bei tiefen Nitriertemperaturen geschlossene Verbindungsschichten erzielt, während das kaltverfestigte Gefüge an den Flanschunterseiten eines Spaltprofils sowie das grobkörnige Ausgangsmaterial (Coil) bei solch tiefen Nitriertemperaturen keine geschlossenen Verbindungsschichten zeigt. UFG Gefüge in Spaltprofilen weisen somit auch bei tiefen Nitriertemperaturen eine gute Nitriereignung auf. Diese gute Nitriereignung kann durch zwei Faktoren hervorgerufen werden. Zum einen durch die hohe Versetzungsdichte der UFG Gefüge, zum anderen durch ihre hohe Korngrenzichte.

Sowohl die hohe Versetzungsdichte als auch die hohe Korngrenzichte bewirken eine Triebkraft für die Bildung von Nitriden. Die in der Versetzungsdichte gespeicherte Energie berechnet sich nach Formel 5 aus dem Schubmodul G (50 GPa), dem Burgersvektor b (0,2 nm) und der Versetzungsdichte ρ [Gottstein, 2001]. Für die Versetzungsdichte in ultrafeinkörnigen Werkstoffen wurde $\rho = 10^{15} \text{ m}^{-2}$ angenommen [Schafler, 2005; Park, 2000].

$$p_{VS} = \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot G \cdot b^2$$

Formel 5

Die in den Korngrenzen gespeicherte Energie berechnet sich nach Formel 6 aus der spezifischen Korngrenzenergie γ (1 J/m²) und dem Korndurchmesser d ($\sim 0,7 \mu\text{m}$) [Gottstein, 2001].

$$p_{KG} = \frac{3\gamma}{d}$$

Formel 6

Eine Abschätzung der Beiträge von Versetzungsdichte und Korngröße auf die Triebkraft zur Bildung von Nitriden zeigt, dass beide Triebkräfte ungefähr gleich groß sind ($\sim 10^6 \text{ J/m}^3$). Für diese Abschätzung wurde die Versetzungsdichte jedoch über das gesamte Gefüge gemittelt. Im Fall nanokristalliner bzw. ultrafeinkörniger Werkstoffe ist die Versetzungsdichte insbesondere an den Korngrenzen sehr hoch [Valiev, 2000], d.h. die durch die Versetzungsdichte verursachte Triebkraft ist im Bereich der Korngrenzen deutlich größer. Die Nitridbildung in UFG Gefügen findet bevorzugt an Korngrenzen statt. Demzufolge spielt die Triebkraft, welche durch die Versetzungsdichte verursacht wird, für die Nitridbildung vermutlich eine größere Rolle als die in den Korngrenzen gespeicherte Energie.

5.1.1. Diffusionswege in pancake-förmigen UFG Gefügen

Die hohe Korngrenzichte der UFG Gefüge hat einen großen Einfluss auf die Stickstoffdiffusion. In nanostrukturierten sowie in ultrafeinkörnigen Materialien fungiert die große Anzahl defektreicher Korngrenzen als Diffusionskanäle, die die Diffusion stark beschleunigen [Wang, 2005b; Ferkel, 2003]. Während beim konventionellen Nitrieren von grobkörnigem Eisen die Stickstoffdiffusion im Eisengitter dominiert, findet in nanokristallinem bzw. ultrafeinkörnigem Eisen die Stickstoffdiffusion bei tiefen Temperaturen daher hauptsächlich über Korngrenzen statt [Tong, 2003]. In Spaltprofilen sind die Körner im Bereich des UFG Gefüges parallel zur Bauteiloberfläche gelängt, die Diffusionswege für eine Korngrenzdiffusion in die Tiefe sind dadurch deutlich länger als in gleichachsigen UFG Gefügen bzw. in nanokristallinen Materialien. Um den längeren Diffusionsweg in pancake-förmigen UFG Gefügen genauer abzuschätzen, wird das im Folgenden vorgestellte Modell verwendet:

Je nach Anordnung der Körner muss zusätzlich zu den Diffusionswegen in die Tiefe (d.h. in vertikaler Richtung) ein Weg in lateraler Richtung (Abb. 81, x) zurückgelegt werden. Im günstigsten Fall, wenn die Körner direkt übereinander gestapelt sind, entfällt der zusätzliche Diffusionsweg in lateraler Richtung ($x = 0$) und es findet eine direkte Diffusion, ohne Umwege, in die Tiefe statt (siehe Abb. 81a). Den ungünstigsten Fall stellt eine Überlappung der Körner auf halber Länge dar, d.h. im ungünstigsten Fall würde der Diffusionsweg in lateraler Richtung $x = L/2$ betragen (siehe Abb. 81b). Der tatsächliche Diffusionsweg in lateraler Richtung wird als Mittelwert der beiden Extremfälle angenommen und liegt demnach bei $x = L/4$ (siehe Abb. 81c).

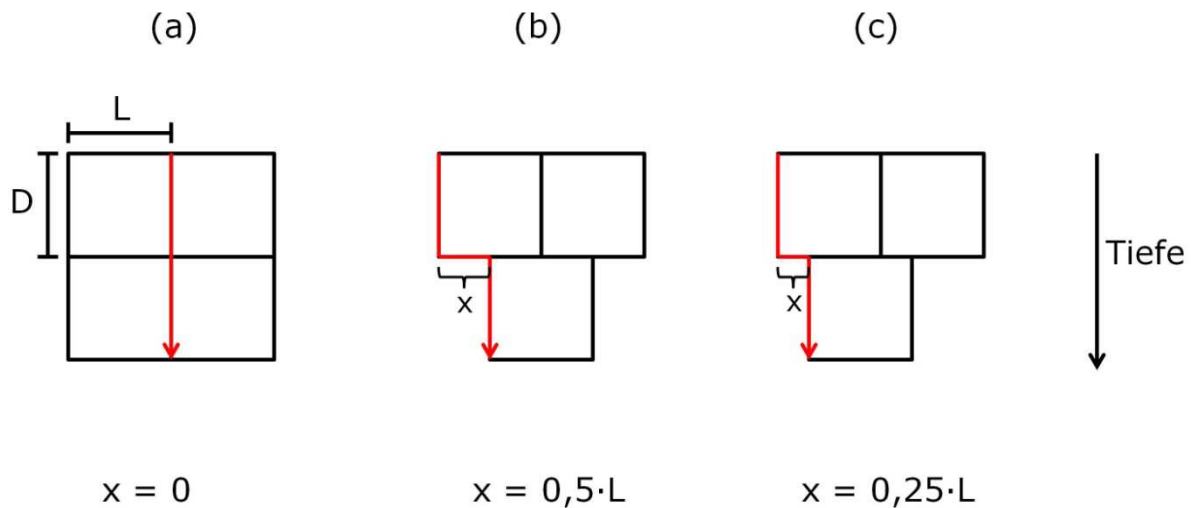


Abb. 81: Schematische Darstellung der Diffusionswege über Korngrenzen in die Tiefe; x: Diffusionsweg in lateraler Richtung

Der Diffusionsweg in die Materialtiefe hinein (T_{Diff}) setzt sich aus der Korndicke (D) und dem Diffusionsweg in lateraler Richtung (x) zusammen (siehe Formel 7). In gleichachsigen Gefügen ist $L = D$, d.h. der Diffusionsweg in die Tiefe T_{Diff} beträgt $1,25 \cdot D$. Die Körner im Bereich des UFG Gefüges in Spaltprofilen besitzen einen Streckungsgrad von ca. 10, d.h. die Kornlänge entspricht dem 10-fachen der Korndicke ($L = 10 \cdot D$). Der Diffusionsweg in die Materialtiefe T_{Diff} beträgt in pancake-förmigen UFG Gefügen nach Formel 7 demnach $3,5 \cdot D$.

$$T_{\text{Diff}} = D + x = D + 0,25 \cdot L$$

Formel 7

Längere Diffusionswege bedeuten eine geringere Diffusionsgeschwindigkeit in die Materialtiefe hinein. Durch die pancake-förmige Kornform der UFG Gefüge in Spaltprofilen ist der Stickstofftransport senkrecht zur Oberfläche im Vergleich zu gleichachsigen UFG Gefügen etwa um den Faktor 3 langsamer. Dies äußert sich in den in dieser Arbeit beobachteten Eindringtiefen von Stickstoff, welche sich im Bereich des UFG Gefüges nicht von denen des kaltverfestigten Gefügebereichs unterscheiden. Dies zeigen die Härteverläufe in Abb. 54, Abb. 55 und Abb. 56. Die UFG Gefüge in Spaltprofilen zeigen somit keinen beschleunigt stattfindenden Stickstofftransport senkrecht zur Bauteiloberfläche.

5.1.2. Verbindungsschichten

Dicke der Verbindungsschichten

Die Korngrenzichte spielt neben ihrem Einfluss auf die Stickstoffdiffusion eine wichtige Rolle für die Verbindungsschichtbildung. Nitridausscheidungen bilden sich bevorzugt an Korngrenzen, d.h. je höher die Dichte an Korngrenzen ist, desto höher ist die Dichte an Nukleationszentren für die Bildung von Nitriden. Obwohl die pancakeförmigen Körner in Spaltprofilen an der Flanschoberfläche ihre größten Abmessungen besitzen (siehe Abb. 18), liegt die Korngröße mit ca. $1\text{ }\mu\text{m}$ immer noch deutlich unterhalb der Korngröße an der Flanschunterseite ($\geq 2\text{ }\mu\text{m}$). Die Flanschoberseite bietet somit mehr Möglichkeiten für die Keimbildung von Nitriden. Aufgrund der hohen Korngrenzichte im Bereich der UFG Gefüge und der damit einhergehenden erhöhten Dichte an Nukleationszentren werden hier schneller geschlossene Verbindungsschichten ausgebildet als im Bereich der kaltverfestigten Flanschunterseite.

Im Bereich des UFG Gefüges bilden sich daher auch bei niedrigen Prozesstemperaturen geschlossene Verbindungsschichten im Bereich des UFG Gefüges aus. An der kaltverfestigten Flanschunterseite sowie im grobkörnigen Steg kommt es bei tiefen Prozesstemperaturen ebenfalls zu der Bildung von Nitriden, die Verbindungsschicht ist jedoch nicht geschlossen und ungleichmäßiger als im Bereich des UFG Gefüges. Die UFG Gefüge in Spaltprofilen zeigen daher hinsichtlich der Verbindungsschichtbildung eine bessere Nitriereignung als das kaltverfestigte Gefüge an der Flanschunterseite bzw. das grobkörnige Stegmaterial.

Die an Flanschoberseite, Flanschunterseite und im Steg erzielten Verbindungsschichtdicken sind in Abb. 82 zusammengefasst. Nitriertemperaturen von 400°C und 500°C führen im Bereich des UFG Gefüges nach 10-stündiger Nitrierdauer jeweils zu Verbindungsschichten, welche eine um ca. 40 % größere Dicke aufweisen als im kaltverfestigten Gefüge an der Flanschunterseite bzw. dem grobkörnigen Gefüge im Steg. Bei einer Nitriertemperatur von 500°C gleichen sich die Verbindungsschichtdicken durch eine längere Nitrierdauer (30 h) an. Die in der Literatur festgestellten Unterschiede in den Verbindungsschichtdicken von ultrafeinkörnigen bzw. nanokristallinen Materialien, im Vergleich zu dem grobkörnigen Ausgangszustand, sind wesentlich deutlicher ausgeprägt als die in dieser Arbeit festgestellten Unterschiede [Tong, 2007; Tong, 2003; Ferkel, 2003] (siehe Abschnitt 3.4.1). Durch die stark gelängte, pancakeförmige Kornform der UFG Gefüge in Spaltprofilen sind die Kornabmessungen an der Bauteiloberfläche relativ groß (siehe Abb. 18). Dadurch ist die Korngrenzichte und damit die Dichte an Nukleationszentren an der Oberfläche der Spaltprofile deutlich niedriger als bei einem nanokristallinen Material bzw. einem ultrafeinkörnigen Material mit gleichachsigen Körnern. Aufgrund der geringeren Nukleationsdichte brauchen die Nitride mehr Zeit, um zu einer geschlossenen Schicht zusammen zu wachsen. Daher läuft die Verbindungsschichtbildung bei den UFG Gefügen in Spaltprofilen gegenüber gleichachsigen UFG Gefügen langsamer ab.

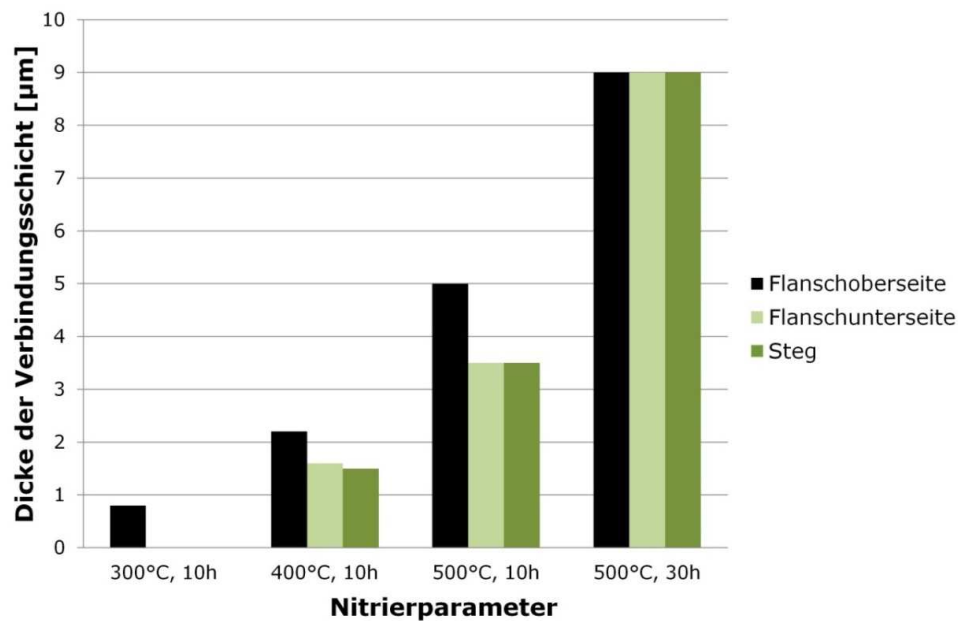


Abb. 82: ZStE 500 Spaltprofil, Verbindungsschichtdicken an Flanschoberseite (UFG Gefüge), Flanschunterseite (kaltverfestigtes Gefüge) und im Steg (grobkörniges Gefüge)

Zusammensetzung der Verbindungsschichten

Die Verbindungsschichten im Bereich des UFG Gefüges von Spaltprofilen bestehen bei tiefen Nitriertemperaturen hauptsächlich aus γ' -Nitriden. Auch bei hohen Nitriertemperaturen liegen hauptsächlich γ' -Nitride vor, ϵ -Nitride nur zu einem Anteil von ca. 20-30 %. Im Bereich der kaltverfestigten Flanschunterseite ist der Anteil an ϵ -Nitriden noch schwächer ausgeprägt, sie bilden auch bei hohen Prozesstemperaturen keine geschlossene Schicht aus. Im Bereich des UFG Gefüges wird im Vergleich zu dem kaltverfestigten Gefüge ein vermehrtes Auftreten von ϵ -Nitriden beobachtet.

Die Bildung von ϵ -Nitriden benötigt höhere Stickstoffkonzentrationen als die Bildung von γ' -Nitriden. Meist bilden sich während des Nitrierprozesses zunächst γ' -Nitride an der Bauteiloberfläche aus. Sobald diese zu einer geschlossenen Verbindungsschicht herangewachsen sind, wird die weitere Stickstoffdiffusion in das Material hinein gehemmt, da die Diffusionsgeschwindigkeit in der Verbindungsschicht deutlich niedriger ist [Ferkel, 2003; Liedtke, 2010]. Durch die verringerte Diffusionsgeschwindigkeit des Stickstoffes nimmt die Stickstoffkonzentration an der Bauteiloberfläche zu und es findet eine Bildung von ϵ -Nitriden statt. Durch die hohe Korngrenzichte im Bereich der UFG Gefüge in Spaltprofilen werden hier schneller geschlossene Verbindungsschichten ausgebildet als im Bereich der kaltverfestigten Flanschunterseite. Die Diffusion von Stickstoff in das Material hinein wird daher im Bereich des UFG Gefüges schon früher durch die Verbindungsschicht gehemmt, als im kaltverfestigten Gefüge. Demzufolge können sich im Bereich des UFG Gefüges schon früher erhöhte Stickstoffkonzentrationen einstellen, die zu der Bildung von ϵ -Nitriden führen. Der Anteil an ϵ -Nitriden in der Verbindungsschicht ist im Fall ultrafeinkörniger Gefüge daher höher als in den Verbindungsschichten der kaltverfestigten Flanschunterseite.

Die in dieser Arbeit festgestellte vermehrte Bildung von ϵ -Nitriden in Bereichen, in denen die Bildung der Verbindungsschicht beschleunigt stattfindet, unterstützt die Aussagen von Tong et al. [Tong, 2006]. Die Untersuchungen von Tong et al. an nanokristallinem Eisen ergaben nach einer 4-stündigen Nitrierbehandlung bei 350°C eine Verbindungsschicht, welche sich hauptsächlich aus ϵ -Nitriden zusammensetzte. Tong et al. führten dies auf die in der hohen Defektdichte gespeicherte Energie zurück, welche die Bildung von Nitriden beschleunigt. Dadurch kommt es schneller zu der Ausbildung einer Verbindungsschicht, welche die weitere Stickstoffdiffusion in das Material hinein hemmt. Resultierend aus der um Größenordnungen langsameren Stickstoffdiffusion in der Verbindungsschicht ergibt sich an der Werkstückoberfläche eine höhere Stickstoffkonzentration, welche die Bildung von ϵ -Nitriden begünstigt.

5.1.3. Einfluss der Versetzungsdichte auf die Nitrierbarkeit von UFG Gefügen

Um den Effekt der erhöhten Versetzungsdichte getrennt von dem Effekt der Korngröße auf das Nitrierverhalten der ultrafeinkörnigen Gefüge in Spaltprofilen untersuchen zu können, wurden die Spaltprofile vor der Nitrierbehandlung einer 5-stündigen Wärmebehandlung bei 500°C unterzogen. Frühere Untersuchungen an Spaltprofilen aus ZStE 500 zeigten nach einer 5-stündigen Glühbehandlung bei 500°C bereits deutliche Erholungserscheinungen (Verringerung der Versetzungsdichte), gleichzeitig änderte sich die Korngröße nur geringfügig [Schuster, 2009].

Durch die Verringerung der Versetzungsdichte ergibt sich im Bereich des UFG Gefüges keine Änderung der Dicke der Verbindungsschicht, auch nicht bei tieferen Nitriertemperaturen (300°C). Die Bildung der Verbindungsschichten hängt demzufolge ausschließlich von der hohen Korngrenzdichte der UFG Gefüge ab, nicht von der Versetzungsdichte.

Die Zusammensetzung der Verbindungsschicht wird durch die verringerte Versetzungsdichte verändert. Im Falle der geglühten Proben weist die Verbindungsschicht nach dem Nitrieren (500°C 10 h) mit ca. 35 % einen höheren Anteil an ϵ -Nitriden auf, als die Verbindungsschicht der UFG Gefüge im nicht geglühten Zustand (20 %). Eine verringerte Versetzungsdichte im UFG Gefüge von Spaltprofilen führt also zu der vermehrten Bildung von ϵ -Nitriden in der Verbindungsschicht. Die Bildung von ϵ -Nitriden ist abhängig von der Stickstoffkonzentration an der Bauteiloberfläche, diese wiederum ist abhängig von der Diffusionsgeschwindigkeit des Stickstoffes in das Material hinein. In nanokristallinem bzw. ultrafeinkörnigem Eisen diffundiert der Stickstoff hauptsächlich entlang der defektreichen Korngrenzen, wegen der hierfür deutlich geringeren Aktivierungsenergie [Tong, 2003]. Durch eine Glühbehandlung und der damit einhergehenden Verringerung der Versetzungsdichte nehmen die Diffusionsraten in nanokristallinen Materialien aufgrund der sich mehr im Gleichgewicht befindlichen Korngrenzen ab [Wang, 2005b]. Die Verringerung der Versetzungsdichte bewirkt somit im Bereich des UFG Gefüges von Spaltprofilen eine verringerte Diffusionsgeschwindigkeit des Stickstoffes. Dies hat eine höhere Stickstoffkonzentration an der Werkstückoberfläche und somit eine vermehrte Bildung von ϵ -Nitriden zur Folge.

Durch die verringerte Versetzungsdichte zeigt die durch das Nitrieren erreichte Härtesteigerung eine deutliche Abhängigkeit von der Prozesstemperatur; bei tiefen Prozesstemperaturen wird nur noch eine geringfügige Härtezunahme erzielt (siehe Abb. 83). Dies weist darauf hin, dass die hinsichtlich der Härtesteigerung sehr gute Nitriereignung von UFG Gefügen bei tiefen Prozesstemperaturen nicht auf den feinen Gefügeabmessungen beruht, sondern durch die hohe Versetzungsdichte hervorgerufen wird.

Im Fall einer unbehandelten Probe setzt sich die durch das Nitrieren mit tiefen Prozesstemperaturen erreichte Härtesteigerung aus dem Härtebeitrag der Nitridausscheidungen und dem Beitrag der Versetzungsdichte zusammen. Aus thermodynamischer Sicht kann bei tiefen Prozesstemperaturen in grobkörnigem Material noch keine Nitridbildung stattfinden. In nanokristallinen sowie in ultrafeinkörnigen Materialien hingegen können sich durch die in den Korngrenzen und in der Versetzungsdichte gespeicherten Energie auch bei tiefen Prozesstemperaturen Nitride ausbilden [Tong, 2003]. Die Versetzungsdichte wird durch die Bildung von Nitriden teilweise aufgezehrt, der übrige Anteil der Versetzungsdichte trägt zu der durch das Nitrieren verursachten Härtesteigerung bei. Wie hoch der Beitrag der Versetzungsdichte bzw. der Beitrag der Nitridausscheidungen auf die Härtezunahme sind, wurde in dieser Arbeit nicht quantifiziert.

Wird die Versetzungsdichte einer ultrafeinkörnigen Probe verringert, fällt ihr Beitrag auf die Triebkraft zur Bildung von Nitriden weg. Demzufolge bildet eine ultrafeinkörnige Probe mit verringerter Versetzungsdichte vermutlich weniger Nitride aus. Zusätzlich entfällt der Beitrag der Versetzungsdichte auf die Härte nach dem Nitrieren. Die Härtezunahme einer ultrafeinkörnigen Probe mit verringerter Versetzungsdichte ist demzufolge wesentlich niedriger. Diese nur geringfügige Härtezunahme weist darauf hin, dass eine hohe Versetzungsdichte maßgeblich ist, um durch eine Nitrierbehandlung bei tiefen Prozesstemperaturen eine hohe Härte im Bereich der Diffusionszone zu erreichen.

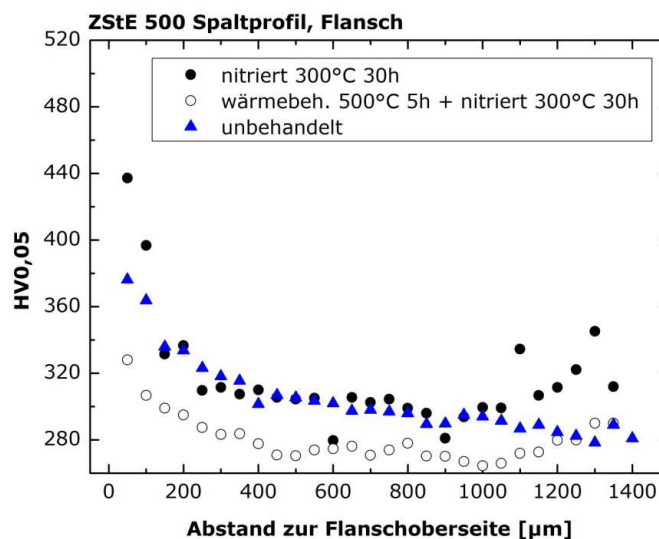


Abb. 83: Härte (im Querschliff) wärmebehandelter (500°C 5h) und anschließend nitrierter (300°C) Spaltprofile aus ZStE 500 im Flansch

Nitrieren einer ultrafeinkörnigen Probe mit verringerter Versetzungsdichte führt im Fall erhöhter Prozesstemperaturen (500°C) zu einer deutlichen Härtezunahme. Die Härte erreicht nach dem Nitrieren im Bereich des UFG Gefüges mit und ohne verringerte Versetzungsdichte jeweils ungefähr den gleichen Wert (siehe rote Markierung in Abb. 84).

Die vorgeschaltete Wärmebehandlung führt durch die Verringerung der Versetzungsdichte zu einer Abnahme der Referenzhärte (siehe Abb. 84, roter Kurvenverlauf) im Vergleich zu der Referenzhärte eines rein nitrierten Spaltprofils (siehe Abb. 84, blauer Kurvenverlauf). Die identische Randhärte der nitrierten, ultrafeinkörnigen Proben mit und ohne verringerter Versetzungsdichte weist darauf hin, dass während des Nitrierens eines unbehandelten Spaltprofils zunächst Erholungsprozesse stattfinden, welche zu einem Härteverlust führen. Dieser Härteverlust wird durch den härtesteigernden Effekt des Nitrierens ausgeglichen. Die Härte lässt sich somit durch eine Nitrierbehandlung (500°C) im Bereich des UFG Gefüges deutlich besser steigern als im kaltverfestigten Gefüge an der Flanschunterseite, insbesondere bei kurzen Nitrierdauern (10 h).

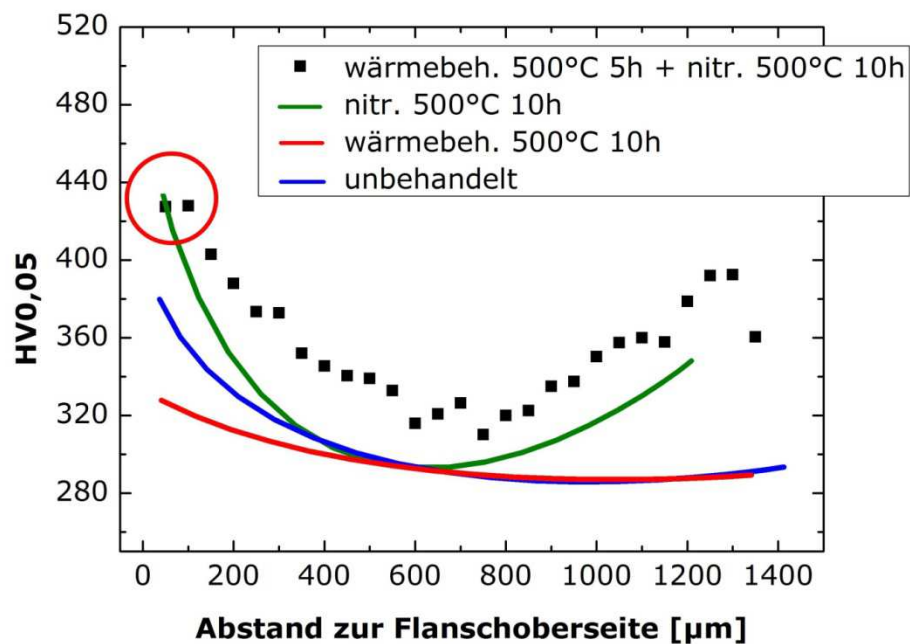


Abb. 84: Härte (im Querschliff) wärmebehandelter (500°C 5h) und anschließend nitrierter (500°C 10h) Spaltprofile aus ZStE 500 im Flansch

5.1.4. Mechanische Eigenschaften plasmanitrierter Spaltprofile

Plasmanitrieren von Spaltprofilen mit UFG Gradientengefügen führt zu einer deutlichen Verbesserung der mechanischen Eigenschaften der UFG Gefüge. Am Beispiel eines spaltprofilierten Stahles aus dem Material ZStE 500 zeigt sich, dass Plasmanitrieren im Bereich des UFG Gefüges der spaltprofilierten Bauteile eine Zunahme von Härte und Festigkeit bewirkt sowie zu einer Erhöhung der Lebensdauer unter schwingender Belastung führt.

Härte

Plasmanitrieren von Spaltprofilen bei Temperaturen von 300°C, 400°C und 500°C für eine Dauer von 10 bzw. 30 Stunden führt zu einer deutlichen Härtezunahme im Bereich des UFG Gefüges, im Vergleich zu dem nicht nitrierten Zustand. Die Härte, welche im oberflächennahen Bereich des UFG Gefüges nach der Nitrierbehandlung erreicht wird, ist unabhängig von der Nitriertemperatur und der Nitrierdauer. Die Wirtiefe des Stickstoffs auf die Härte hingegen nimmt mit steigender Nitriertemperatur zu. Während bei tiefen Nitriertemperaturen nur in einem oberflächennahen Bereich der Flanschoberseite eine gesteigerte Härte vorliegt, erstreckt sich die Härtezunahme nach 30-stündigem Nitrieren bei 500°C über die gesamte Dicke des Flansches.

Es kann davon ausgegangen werden, dass der durch die Nitrierbehandlung eingebrachte Stickstoff mindestens bis in die Tiefe vorliegt, in der eine Härtesteigerung beobachtet wird. Demnach nimmt die Eindringtiefe des Stickstoffes mit steigender Nitriertemperatur zu. Nach 30-stündigem Nitrieren bei 500°C überschneiden sich die Diffusionszonen von Flanschoberseite und Flanschunterseite, somit liegt über die gesamte Flanschdicke Stickstoff im Material vor.

Im kaltverfestigten Gefüge an der Flanschunterseite ist die nach dem Nitrieren erzielte Härtezunahme (ΔHV) im Fall kürzerer Nitrierdauern sowohl im UFG Gefüge als auch im kaltverfestigten Gefüge identisch (siehe Abb. 85).

Im Fall hoher Prozesstemperaturen stellt der unbehandelte Zustand nicht die korrekte Referenzhärte dar. Die durch das Nitrieren (500°C) erzielte Härtesteigerung muss auf den wärmebehandelten Zustand bezogen werden (siehe Abschnitt 6.1.3.). Damit liegt im Bereich des UFG Gefüges nach dem Nitrieren mit hohen Prozesstemperaturen eine deutlich größere Härtesteigerung vor, als im kaltverfestigten Gefügebereich. Bei tiefen Prozesstemperaturen finden keine Erholungsprozesse statt, die durch das Nitrieren bedingten Härtesteigerungen in den Randbereichen von ultrafeinkörniger Flanschoberseite und kaltverfestigter Flanschunterseite stimmen somit überein.

Längere Nitrierdauern zeigen bei hohen Nitriertemperaturen im kaltverfestigten Gefüge einen deutlich größeren Einfluss auf die Härte, als in den UFG Gefügen. Während die Härte des nitrierten UFG Gefüges im oberflächennahen Bereich schon nach geringen Nitrierdauern eine Sättigung erreicht hat, wird im kaltverfestigten Gefüge durch eine Verlängerung der Nitrierdauer eine deutliche Härtezunahme erreicht, bis auf das Niveau der Härte des nitrierten UFG Gefüges. Das kaltverfestigte Gefüge zeigt somit ein größeres Potential für eine Härtezunahme (ΔHV) durch das Nitrieren. Ultrafeinkörnige Gefüge erreichen diese Härte jedoch deutlich schneller, im Fall von UFG Gefügen ist dadurch eine Verkürzung der Prozessdauern möglich.

Im Unterschied zu den UFG Gefügen an der Flanschoberseite sowie zu dem kaltverfestigten Gefüge an der Flanschunterseite, zeigt die durch das Nitrieren erzielbare Härtesteigerung im grobkörnigen Stegmaterial eine deutliche Abhängigkeit von der Nitriertemperatur. Nitrieren bei tiefen Prozesstemperaturen führt nur zu einer sehr geringen Härtezunahme.

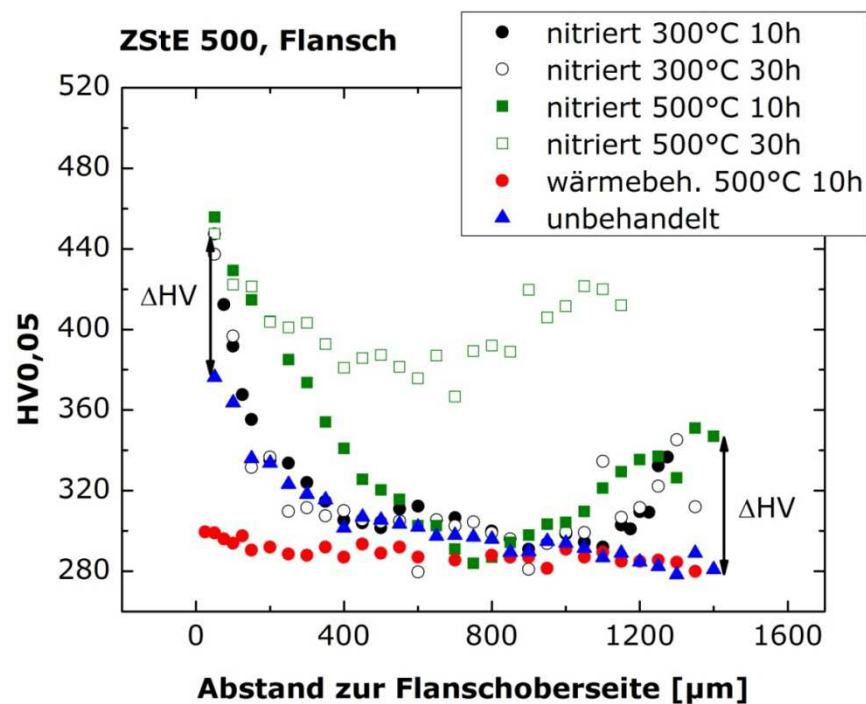


Abb. 85: ZStE 500 Spaltprofil, Härteverläufe über die Dicke des Flansches

Festigkeit

Eine Härtezunahme korreliert mit einer Zunahme der Festigkeit, die Härtezunahme gibt jedoch keine Auskunft über das Verfestigungsvermögen bzw. die Umformbarkeit eines Materials. Um die Auswirkungen der Nitrierbehandlung auf das Verfestigungsvermögen bzw. auf die Umformbarkeit der Spaltprofile zu untersuchen, wurden Zugversuche an nitriertem (500°C 10 h) ultrafeinkörnigem Flanschmaterial bzw. grobkörnigem Stegmaterial durchgeführt. Die hierbei erzielten Festigkeitssteigerungen hängen stark von der Dicke der untersuchten Proben ab, da der Anteil des durch den Stickstoff beeinflusste Probenbereichs im Fall dickerer Proben wesentlich geringer ist und die durch den Stickstoff verursachte Härtesteigerung somit weniger ins Gewicht fällt. Die in dieser Arbeit ermittelten Kennwerte beschränken sich daher auf die verwendete Probendicke (und den verwendeten Werkstoff) und sind nicht verallgemeinerbar.

Nitrieren von Spaltprofilen mit ultrafeinkörnigem Gefüge führt zu einer Steigerung der Zugfestigkeit. Das nitrierte, ultrafeinkörnige Material versagt bereits im elastischen Bereich. Nitrieren wirkt sich demnach positiv auf die Festigkeit aus, die Duktilität geht jedoch vollständig verloren. Das vermehrte Auftreten von Nitridausscheidungen an den Korngrenzen des pancake-förmigen UFG Gefüges im Bereich der Flanschoberseite bewirkt eine Versprödung des Materials und führt zu einer drastischen Abnahme des Umformvermögens von UFG Gefügen.

Im grobkörnigen Stegmaterial liegen weniger Nitridausscheidungen vor, es findet daher keine Versprödung des Materials statt. Nitrieren führt im grobkörnigen Stegmaterial zu einem deutlichen Anstieg der Zugfestigkeit sowie zu einer Erhöhung der Gleichmaßdehnung (d.h. des Umformvermögens) im Vergleich zu dem Material im unbehandelten Zustand. Das nitrierte Stegmaterial weist zudem ein größeres Verfestigungsvermögen auf, als das Material im unbehandelten Zustand. Dies ist in Abb. 86 anhand der Fließkurven des unbehandelten sowie des nitrierten Stegmaterials gezeigt. Beide Fließkurven zeigen einen linearen Verlauf, eine lineare Näherung der Kurvenverläufe ergibt für den nitrierten Zustand mit ca. 1600 MPa eine höhere Steigung als für den unbehandelten Zustand (ca. 900 MPa). Die höhere Steigung weist auf das gesteigerte Verfestigungsvermögen des nitrierten Zustandes hin.

Die in dieser Arbeit festgestellte drastische Zunahme der Zugfestigkeit sowie die Zunahme der Gleichmaßdehnung des nitrierten Stegmaterials sind unüblich für nitrierte Bauteile. So zeigen beispielsweise Untersuchungen an dem Stahl 34Cr4 nach dem Nitrocarburieren eine nahezu unveränderte Zugfestigkeit und eine deutliche Abnahme von Brucheinschnürung und Bruchdehnung [Liedtke, 2010].

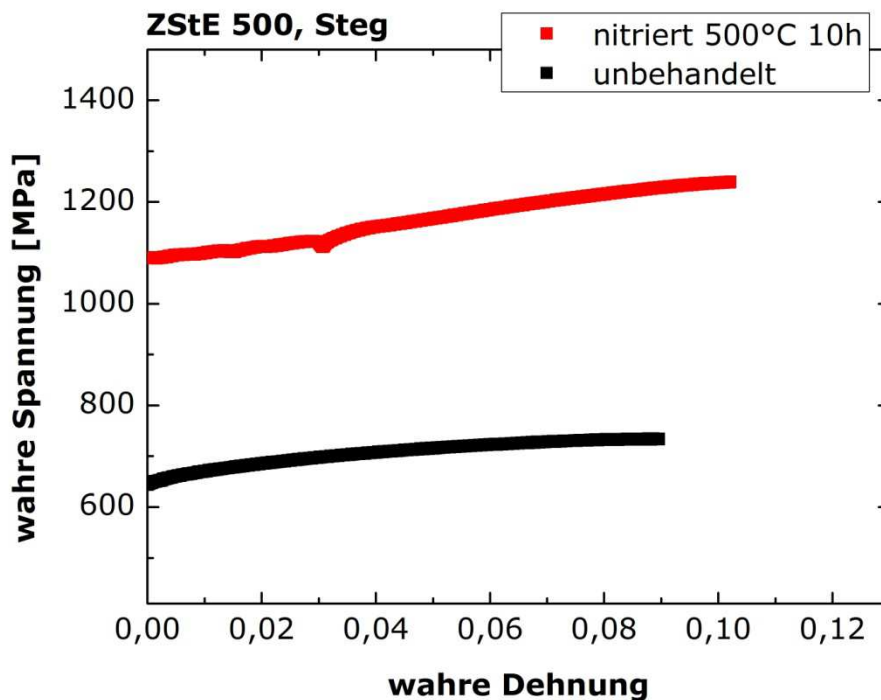


Abb. 86: Fließkurve ZStE 500 Stegmaterial, im unbehandelten sowie um nitrierten (500°C 10h) Zustand

Ermüdung

Untersuchungen des Ermüdungsverhaltens von ultrafeinkörnigem, spaltprofiliertem Material aus dem Werkstoff ZStE 500 zeigen keine signifikante Verbesserung der Ermüdungsfestigkeit im Vergleich zu dem korrespondierenden Material mit grobkörnigem Gefüge (Coilmaterial) (siehe Abb. 87). Obwohl die Härte des ultrafeinkörnigen Materials bei deutlich höheren Werten liegt als die des verwendeten Coilmaterials, sind die Lebensdauern bei Ermüdungsbelastung nahezu identisch.

Die in der vorliegenden Arbeit gewonnen Erkenntnisse widersprechen den Untersuchungen von Bruder [Bruder, 2011] an spaltprofiliertem ZStE 500 Material. Bruder stellte für ultrafeinkörniges Flanschmaterial um 25 % höhere ertragbare Lastschwingbreiten fest, als für das nicht spaltprofilerte, grobkörnige Ausgangsmaterial. Eine mögliche Ursache für die Abweichungen ist die um ca. 10 % höhere Härte der in dieser Arbeit verwendeten Materialcharge. Desweiteren zeigten die von Bruder verwendeten Referenzproben (nicht spaltprofilert) bei der zyklischen Belastung eine Durchbiegung, welche bei der in dieser Arbeit verwendeten Materialcharge nicht auftritt. Die maximal wirksamen Spannungen konnten daher nicht korrekt über die Balkentheorie berechnet werden und wurden über das Smith-Schaubild korrigiert.

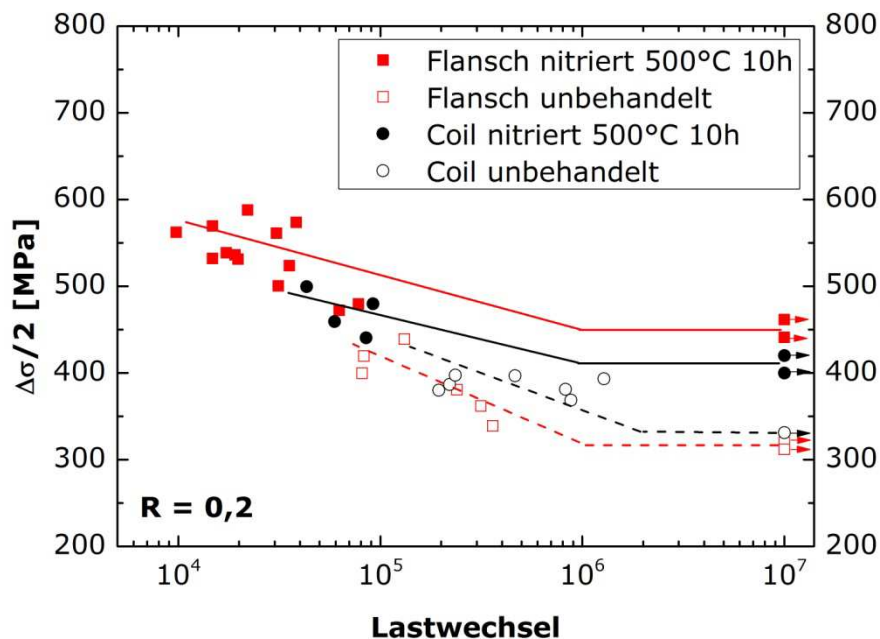


Abb. 87: Wöhlerkurven für Flanschmaterial (UFG) bzw. Coilmaterial aus ZStE 500, 3-Punkt-Biegebelastung, $R = 0,2$

Der wärmebehandelte Zustand (500°C , 10 h) des ultrafeinkörnigen Flanschmaterials zeigt im Bereich der Zeitfestigkeit kürzere Lebensdauern als der unbehandelte Zustand bei gleicher Spannungsamplitude (siehe Abb. 62). Dies weist darauf hin, dass die Phase der Anrissbildung im wärmebehandelten Zustand kürzer ist als im unbehandelten Flanschmaterial. Durch die deutlich geringere Härte des UFG Gefüges im wärmebehandelten Zustand kann es früher zu der Bildung eines Anrisses und somit zum Versagen der Probe kommen.

Da eine Wärmebehandlung bei 500°C im Coilmaterial (analog zum Stegmaterial) zu keiner Änderung der Härte führt, liegen die Lebensdauern des wärmebehandelten Coilmaterials bei zyklischer Belastung auf dem gleichen Niveau wie die des unbehandelten Coilmaterials (siehe Abb. 63).

Plasmanitrieren von UFG Gefügen in Spaltprofilen führt zu einer deutlichen Zunahme von Härte und Festigkeit, die Rauigkeit der Oberfläche ändert sich kaum. Desweiteren führt Nitrieren zu der Ausbildung von Druckeigenspannungen im Bereich der nitrierten, ultrafeinkörnigen Oberfläche. Die gesteigerte Festigkeit, die Druckeigenspannungen sowie die geringe Oberflächenaufrauung führen zu einer deutlichen Verbesserung der Ermüdungseigenschaften von UFG Gefügen in Spaltprofilen durch das Nitrieren (siehe Abb. 87).

Die Korngröße sowie die mechanischen Eigenschaften der ultrafeinkörnigen Gefüge in Spaltprofilen sind zyklisch stabil, die Ermüdungseigenschaften werden daher nicht durch eine zyklische Entfestigung der UFG Gefüge negativ beeinflusst.

ZStE 500 Coilmaterial zeigt nach dem Nitrieren bei 500°C für 10 Stunden eine etwas stärkere Oberflächenaufrauung und leicht höhere Druckeigenspannungen als das ultrafeinkörnige Material. Die Lebensdauern unter zyklischer Belastung nehmen im grobkörnigen Coilmaterial durch das Nitrieren (500°C 10 h) weniger zu als im ultrafeinkörnigen Flanschmaterial (siehe Abb. 87).

Durch eine Nitrierbehandlung (500°C, 10 h) der UFG Gefüge im Flansch eines Spaltprofils wird in 50 μm Abstand zur gespaltenen Oberfläche eine Härtesteigerung von ca. 15 % erzielt. Verglichen damit ist der Anstieg der Dauerfestigkeit mit 40 % deutlich stärker ausgeprägt. Die Härtemessungen in 50 μm Tiefe erfassen jedoch nicht die hohe Härte der Verbindungsschicht. Berücksichtigt man die Härte der Verbindungsschicht, liegt die Härtesteigerung bei 45 % und entspricht somit ungefähr dem Anstieg der Dauerfestigkeit.

Geht die Schädigung unter zyklischer Belastung von der Oberfläche aus, spielt die hohe Härte der Verbindungsschicht für die Anrissbildung eine entscheidende Rolle. Rauigkeitsmessungen, welche eine Aufrauung der Oberfläche nach der Ermüdungsbelastung zeigen, sprechen für eine Schädigung ausgehend von der ultrafeinkörnigen Flanschoberfläche. Diese Aufrauung ist im Fall von unbehandelten bzw. wärmebehandelten Flanschen nach dem Versagen im Bereich der Zeitfestigkeit deutlich stärker ausgeprägt als an nitriertem Flanschmaterial. Dies weist darauf hin, dass die hohe Härte der Verbindungsschicht sowie die harte Diffusionszone die Versetzungsbewegung behindern, dadurch die Bildung von Extrusionen bzw. Intrusionen hemmen und somit einer Rissbildung bei zyklischer Belastung entgegen wirken.

Die Härte der Verbindungsschicht zeigt sich in den vorliegenden Untersuchungen als unabhängig von dem darunter liegenden Gefüge, d.h. sie ist im ultrafeinkörnigen Flanschmaterial sowie im Coilmaterial identisch. Durch die identische Verbindungsschichthärte ist die rissbildungshemmende Wirkung daher sowohl im Flansch- als auch im Coilmaterial gleichermaßen wirksam. Die Wirkung der Verbindungsschicht äußert sich in den Lebensdauern der unterschiedlichen Gefügetypen unter zyklischer Belastung, welche sich trotz der unterschiedlichen Härte von nitriertem Coil- und Flanschmaterial nur wenig unterscheiden.

Verschleiß

Durch die Bildung harter Verbindungsschichten sowie durch die hohe Härte der Diffusionszone zeigen nitrierte Spaltprofile im Bereich des UFG Gefüges einen höheren Widerstand gegen Wälzverschleiß als im nicht nitrierten Zustand. Die Verbindungsschicht wird auch nach $3,5 \cdot 10^5$ Überrollungen mit einer Last von 1000 N nicht abgetragen, es sind keine Abplatzungen erkennbar.

Während in unbehandelten Spaltprofilen durch die Wälzbeanspruchung im Bereich des UFG Gefüges Risse, die Bildung von Oxiden sowie eine Verkipfung der zeiligen Gefügestruktur beobachtet werden, zeigen nitrierte Spaltprofile auch im Bereich der Diffusionszone keine sichtbaren Schädigungen (siehe Abb. 67). Die hohe Härte der Diffusionszone hat eine stützende Wirkung und beugt einem Abplatzen der Verbindungsschicht vor, auch bei hohen Belastungen.

Diese Stützwirkung wurde ebenfalls von Lin et al. [Lin, 2006] an durch SMAT hergestellten, nanokristallinen Proben festgestellt. Lin et al. stellten im nanokristallinen, nitrierten Zustand eine deutlich bessere Verschleißbeständigkeit als in dem korrespondierenden nitrierten, grobkörnigen Material fest. Die höhere Verschleißbeständigkeit des nitrierten, nanokristallinen Materials wurde von Lin et al. durch dessen höhere Härte und somit größere Stützwirkung begründet.

5.1.5. Thermische Stabilität plasmanitrierter Spaltprofile

Die hohe Defektdichte in den ultrafeinkörnigen Gefügen führt einerseits zu einer erhöhten Triebkraft für Kornvergrößerungsprozesse, andererseits stehen durch die hohe Korngrenzichte eine Vielzahl von Nukleationszentren für die Nitridbildung zur Verfügung. Bedingt durch die bevorzugte Nukleation der Nitride an Korngrenzen, bilden sich daher im Bereich des UFG Gefüges deutlich mehr Nitride aus als an der kaltverfestigten Flanschunterseite oder im grobkörnigen Steg eines Spaltprofils (siehe Abb. 47). Die Bildung der Nitride findet bei der Abkühlung des Werkstückes statt, da die während des Nitrierprozesses aufgenommene Menge an Stickstoff das Lösungsvermögen des Ferrits bei Raumtemperatur weit übersteigt. Legierungselemente bilden jedoch schon während des Nitrierprozesses Nitride aus. Der Kohlenstoff des Zementits kann während des Nitrierens verdrängt werden, so dass außerdem eine Bildung von Carbonitriden oder Nitrocarbiden stattfinden kann [Liedtke, 2010].

Bei erhöhten Temperaturen tritt in den ultrafeinkörnigen Gefügen von Spaltprofilen Kornwachstum und eine drastische Härteabnahme auf. Bei dem Nitrieren mit erhöhten Prozesstemperaturen wird das Kornwachstum durch den während des Nitrierprozesses eindiffundierenden Stickstoff sowie durch die sich bildenden Nitridausscheidungen gehemmt. Es findet somit schon während des Nitrierprozesses eine Stabilisation des Gefüges statt. Die Stabilisation des Gefüges tritt nicht nur im ultrafeinkörnigen Bereich der Spaltprofile auf, sondern auch im Bereich des kaltverfestigten Gefüges.

Eine dem Nitrierprozess nachgeschaltete Wärmebehandlung zeigt die Stabilisation des UFG Gefüges sowie seiner mechanischen Eigenschaften durch die Nitrierbehandlung noch deutlicher. Die Nitridausscheidungen an den Korngrenzen hemmen das Kornwachstum und stabilisieren das Gefüge nach dem Prinzip des Zener-Effekts; eine dem Nitrierprozess nachgeschaltete Wärmebehandlung führt zudem zu keinem Härteverlust im Bereich des ultrafeinkörnigen Gefüges.

Sogar bei Glühtemperaturen von 600°C, welche in nicht nitrierten Spaltprofilen zu einer Rekristallisation des ultrafeinkörnigen Gefüges führen sowie zu einem drastischen Härteverlust bis unterhalb der Härte des Materials im Anlieferungszustand, bleiben das Gefüge sowie die mechanischen Eigenschaften der nitrierten UFG Gefüge weitgehend erhalten. Die Rekristallisation des UFG Gefüges wird durch die dem Glühprozess vorgeschaltete Nitrierbehandlung verhindert, die zeitliche Gefügestruktur des ultrafeinkörnigen Gefüges bleibt erhalten. Lediglich im Bereich der ehemaligen Verbindungsschicht liegen grobe Körner vor (Abb. 49), da in diesem Bereich durch die Auflösung der Verbindungsschicht sowie durch die Stickstoffdiffusion in das Material

hinein bzw. die Stickstoffeffusion in die Glühatmosphäre aus dem Material hinaus keine Gefügestabilisation stattfinden kann.

Der Stickstoff der ehemaligen Verbindungsschicht sowie der durch das Nitrieren im Gefüge bereits vorhandene Stickstoff diffundiert während einer dem Nitrierprozess nachgeschalteten Wärmebehandlung tiefer in das Material hinein, um einen Konzentrationsausgleich zu erreichen. Der dadurch vergrößerte Einflussbereich des Stickstoffs resultiert in einer weitreichenderen Stabilisation der mechanischen Eigenschaften des Flansches. So nimmt die Härte eines bei 500°C für 10 Stunden nitrierten Spaltprofils durch eine Wärmebehandlung bei 600°C zwar im Bereich des UFG Gefüges ab, liegt jedoch über die gesamte Dicke des Flansches auf bzw. oberhalb des Niveaus der Härte eines unbehandelten Spaltprofils (siehe Abb. 88). Somit bleiben nitrierte UFG Gefüge selbst bei Glüh Temperaturen, welche normalerweise zu einer Rekristallisation der UFG Gefüge und einem Verlust ihrer sehr guten mechanischen Eigenschaften führen, stabil.

Durch tiefere Nitriertemperaturen wird eine derartige Stabilisierung des Gefüges nicht erreicht, da zu wenig Stickstoff in das Material eingebracht wurde. Der Stickstoff diffundiert durch die dem Nitrierprozess angeschlossene Wärmebehandlung ebenfalls tiefer in das Material hinein, der Stickstoffgehalt nach dem Nitrieren bei 300°C ist jedoch zu gering, um eine Stabilisierung der mechanischen Eigenschaften über die gesamte Flanschdicke zu gewährleisten. Dadurch sinkt die Härte ausgehend von Flanschober- und Flanschunterseite kontinuierlich auf das Niveau der Härte einer reinen Wärmebehandlung ab (siehe Abb. 88). Zur Erhöhung der Gefügestabilität von UFG Gefügen in Spaltprofilen bei hohen Temperaturen sind hohe Nitriertemperaturen somit essenziell.

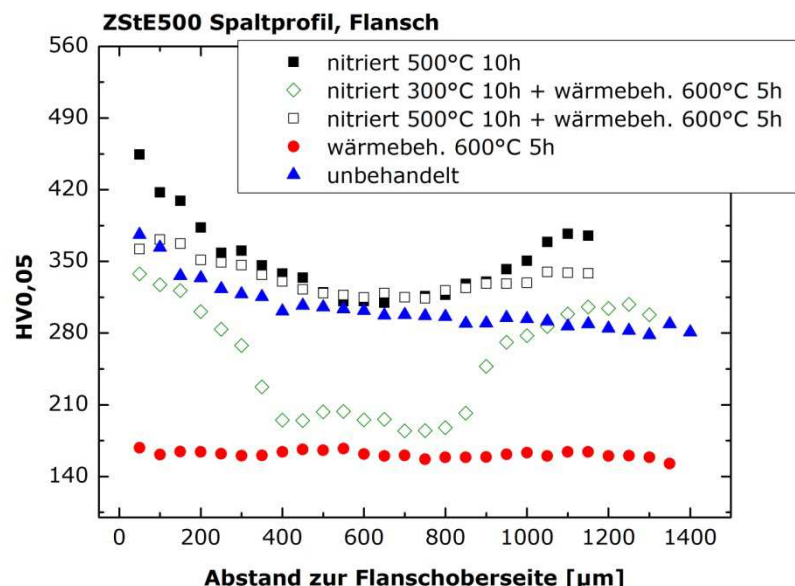


Abb. 88: ZStE 500 Spaltprofil, Härte nach einer 5-stündigen Wärmebehandlung bei 600°C

5.1.6. Optimale Prozesstemperaturen für das Plasmanitrieren spaltprofilierter Bauteile

Durch die hohe Korngrenzichte im Bereich des ultrafeinkörnigen Gefüges an der Flanschoberseite werden auch bei Prozesstemperaturen von 300°C geschlossene Verbindungsschichten ausgebildet, diese weisen jedoch eine deutlich geringere Dicke auf als nach dem Nitrieren bei 500°C. Verglichen mit Nitriertemperaturen von 500°C führen tiefe Nitriertemperaturen im oberflächennahen Bereich des ultrafeinkörnigen Gefüges von Spaltprofilen zwar zu der gleichen Härte, die Einflusszone des Stickstoffs liegt jedoch in einem deutlich geringeren Bauteilbereich vor. Das Nitrieren bei tiefen Nitriertemperaturen stellt sicher, dass auch im durch die Nitrierbehandlung unbeeinflussten Bauteilinneren keine Kornvergrößerungsprozesse auftreten. Spaltprofile besitzen nur im Bereich der Flanschoberseite ultrafeinkörnige Gefüge, mit zunehmendem Abstand zur Flanschoberseite nimmt die Korngröße zu und damit auch die thermische Stabilität des Gefüges. Gerade in den Bereichen nahe der Oberfläche findet schon während des Nitrierprozesses eine Stabilisierung des ultrafeinkörnigen Gefüges statt, es ist daher nicht notwendig zu tieferen Nitriertemperaturen überzugehen. Da sich die Verbindungsschicht im Falle einer zyklischen Belastung sowie auch unter Wälzbeanspruchung als äußerst effektiv herausstellte, sind somit Nitriertemperaturen von 500°C, welche dickere Verbindungsschichten ermöglichen und eine Stützwirkung über einen größeren Gefügebereich gewährleisten, tieferen Nitriertemperaturen vorzuziehen.

5.2. Kugelstrahlen von UFG Gefügen in Spaltbiegeprofilen

Generell gilt, dass nanokristalline sowie ultrafeinkörnige Gefüge im Vergleich zu grobkörnigem Material ein verbessertes Ermüdungsverhalten in kraftgeregelten Versuchen zeigen, jedoch einen geringeren Widerstand gegenüber Rissausbreitung besitzen. Bauteile mit Gradientengefügen, d.h. mit ultrafeinkörnigen bzw. nanokristallinen Oberflächen und grobkörnigem Gefüge im Bauteilinneren, könnten die guten Eigenschaften der jeweiligen Gefüge verbinden. Dadurch würde die rissbildungshemmende Wirkung der nanokristallinen bzw. ultrafeinkörnigen Gefüge mit dem hohen Widerstand gegenüber Rissausbreitung der grobkörnigen Gefüge kombiniert werden. Ein solches Bauteil würde somit im Randbereich eine große Ermüdungsfestigkeit im HCF-Bereich aufweisen, das Bauteilinnere würde einen hohen Widerstand gegenüber Ermüdungsschäden und Rissausbreitung zeigen [Hanlon, 2003]. Spaltprofile sowie Spaltbiegeprofile besitzen ein solches UFG Gradientengefüge und somit ein großes Potential für einen hohen Widerstand gegenüber zyklischer Belastung.

Spaltbiegeprofile aus DD11 zeigen, bedingt durch die UFG Gefüge, deutlich höhere Lebensdauern unter zyklischer Belastung als das korrespondierende grobkörnige Material (Platine). Die Lebensdauer wird durch das Auftreten von UFG Gefügen um bis zu 60 % gesteigert.

Zur weiteren Verbesserung der Ermüdungseigenschaften des Ausgangsmaterials (Platine) erfolgte Kugelstrahlen bei Strahldrücken zwischen 1-5 bar. Im Vergleich zu dem Platinenmaterial im ungestrahlten Zustand tritt keine merkliche Veränderung der Lebensdauer unter zyklischer Belastung auf. Dies ist verwunderlich, da Kugelstrahlen sowohl eine Steigerung der Härte als auch der Druckeigenspannungen im Platinenmaterial bewirkt. Die Verfestigung der Bauteiloberfläche kann sich in Zusammenspiel mit der starken Aufrauung der Oberfläche negativ auf die Ermüdungsfestigkeit auswirken. Die hohe Rauigkeit überlagert den positiven Einfluss der Druckeigenspannungen und wirkt somit einer Verbesserung der Ermüdungseigenschaften von DD11 Platinenmaterial entgegen.

Analog zu dem Platinenmaterial erfolgte auch für die ultrafeinkörnigen Spaltbiegeprofile ein Kugelstrahlen der ultrafeinkörnigen Proben bei Strahldrücken zwischen 1-5 bar. Mit steigendem Strahldruck nimmt die Rauigkeit der ultrafeinkörnigen Bauteiloberfläche immer stärker zu, gleichzeitig bauen sich zunehmend Druckeigenspannungen auf. Die Härte der UFG Gefüge kann auch mithilfe eines Strahldruckes von 5 bar nicht gesteigert werden, es findet somit keine Verfestigung des Materials durch die Kugelstrahlbehandlung statt. Eine Segmentierung der pancake-förmigen UFG Gefüge tritt ebenfalls nicht auf, auch nicht bei extrem gewählten Strahlbedingungen.

Ultrafeinkörnige Gefüge befinden sich aufgrund ihrer hohen Dichte an Korngrenzen und Versetzungen nicht im thermodynamischen Gleichgewicht [Lian, 1995], daher besteht eine große Triebkraft für Kornwachstum, Erholung und Rekristallisation und somit die Gefahr des Verlustes der guten mechanischen Eigenschaften der ultrafeinkörnigen Gefüge unter dem Einfluss einer zyklischen Belastung. In den ultrafeinkörnigen Gefügen der Spaltbiegeprofile tritt keine zyklische Entfestigung auf. Sowohl die Härte, als auch die Gefügeabmessungen zeigen keine Veränderung durch eine zyklische Belastung. Die zyklische Stabilität wurde sowohl für den ungestrahlten Zustand, als auch für den kugelgestrahlten Zustand der UFG Gefüge festgestellt.

Im Fall der ultrafeinkörnigen Proben stellte sich Kugelstrahlen mit einem Strahldruck von 4 bar als optimal heraus, hier wurden die längsten Lebensdauern unter zyklischer Belastung erreicht. Im Vergleich zu dem ultrafeinkörnigen Material im ungestrahlten Zustand zeigen die kugelgestrahlten Proben trotz optimierter Strahlparameter keine verbesserte Ermüdungsfestigkeit. Bestenfalls bleiben die Ermüdungseigenschaften unverändert, im Fall zu hoher bzw. zu niedriger Strahldrücke verschlechtert sich die Lebensdauern der UFG Gefüge unter zyklischer Belastung.

Eine weitere Optimierung des Strahldruckes im Bereich von 3 bis 5 bar lässt nur eine geringfügige Steigerung der Lebensdauer erwarten, d.h. durch Kugelstrahlen kann unter diesen Randbedingungen die Ermüdungsfestigkeit ultrafeinkörniger Gefüge, trotz Einbringung hoher Druckeigenspannungen, nicht signifikant gesteigert werden. Eine Integration von Kugelstrahlen in den kontinuierlichen Spaltbiegeprozess scheint im Hinblick auf die mögliche Verschlechterung der Ermüdungseigenschaften von UFG Gefügen daher nicht sinnvoll.

In kugelgestrahlten Proben können Mikrorisse schon während des Kugelstrahlens entstehen, die Lebensdauer bei zyklischer Belastung ist im Fall kugelgestrahlter Proben daher meist durch den Widerstand des Werkstoffes gegen Rissausbreitung bestimmt. Während Druckeigenspannungen der Rissausbreitung entgegenwirken, führt eine hohe Versetzungsdichte zu einem beschleunigten Risswachstum [Gray, 1987]. Die hohe Versetzungsdichte der UFG Gefüge in Spaltprofilen könnte demnach den positiven Effekt der Druckeigenspannungen herabsetzen.

Bei der Untersuchung von dauerfesten, kugelgestrahlten Biegeproben konnten keinerlei Risse im maximal beanspruchten, ultrafeinkörnigen Probenbereich festgestellt werden. Die Dauerfestigkeit der kugelgestrahlten, ultrafeinkörnigen Proben liegt demnach in einem Spannungsbereich, in dem noch keine Rissbildung stattfindet. Die hohen Druckeigenspannungen haben daher nur einen untergeordneten Einfluss auf die Dauerfestigkeit des ultrafeinkörnigen Bauteils.

Das nicht Vorhandensein von Rissen bei dauerfesten, ultrafeinkörnigen Proben weist darauf hin, dass die Lebensdauer der kugelgestrahlten Bauteile rissbildungsdominiert ist, d.h. dass ein einmal gebildeter Riss zum Versagen des Bauteils führt. Die Rissbildung ist abhängig von der Rauigkeit sowie von der Verfestigung. Da eine Kugelstrahlbehandlung der ultrafeinkörnigen Gefüge in Spaltbiegeprofilen keine Verfestigung bewirkt, wird die Rissbildung nur durch die Rauigkeit beeinflusst. Diese nimmt durch das Kugelstrahlen drastisch zu. Die starke Oberflächenrauigkeit führt zu lokal erhöhten Spannungskonzentrationen und somit zu einer Kerbwirkung, welche sich aufgrund der hohen Kerbempfindlichkeit von UFG Gefügen negativ auf deren Ermüdungsfestigkeit auswirkt [Lukáš, 2005; Semenova, 2009a].

Ein weiterer, die Rissbildung begünstigender Faktor, ist die Drehung der pancake-förmigen Körner im Bereich des ultrafeinkörnigen Gefüges in Spaltbiegeprofilen durch das Kugelstrahlen. Die Korngrenzen der gelängten, pancake-förmigen Körner sind durch den Spaltprozess geschwächt [Tomasella, 2012]. Durch die Drehung der pancake-förmigen Körner liegen die geschwächten Korngrenzen direkt an der Bauteiloberfläche vor und begünstigen die Bildung von Ermüdungsrissen.

Um den negativen Effekt der Rauigkeit zu eliminieren, wurden kugelgestrahlte Proben elektrolytisch poliert. Die durch das elektrolytische Polieren geglätteten Oberflächen erschweren die Bildung von Ermüdungsrissen. Während sich die hohe Härte der UFG Gefüge im Fall rauer Oberflächen eher negativ auf die Ermüdungseigenschaften auswirkt, wirkt die hohe Härte im Fall der geglätteten Oberflächen einer Rissbildung entgegen und trägt somit zu einer gesteigerten Dauerfestigkeit bei. Der Bereich, indem eine Drehung der pancake-förmigen Körner durch die Kugelstrahlbehandlung vorliegt, wurde durch das elektrolytische Polieren vollständig entfernt. Durch die Beseitigung dieses Gefügebereichs und der Oberflächenrauigkeit kann der Effekt der Druckeigenspannungen auf die Ermüdungsfestigkeit von UFG Gefügen genauer untersucht werden.

Durch die Beseitigung der Oberflächenrauigkeit liegt eine im Vergleich zum ungestrahlten UFG Material um 7 % höhere Dauerfestigkeit vor. Die durch das Kugelstrahlen in die UFG Gefüge eingebrachten Druckeigenspannungen tragen demzufolge nicht zu einer signifikanten Erhöhung ihrer Dauerfestigkeit bei. Ermüdungsversuche an kugelgestrahlten Werkstoffen lassen bei derartigen Druckeigenspannungen eine Verbesserung der Dauerfestigkeit von bis zu 35 % erwarten [Starker, 1983; Schütz, 1986; Broszeit, 1989].

Druckeigenspannungen verursachen eine Verringerung der wirksamen Spannungen, hin zu geringeren Mittelspannungen. Zeigt ein Werkstoff jedoch eine geringe Mittelspannungsempfindlichkeit, hat eine Verringerung der Mittelspannung nur einen geringen Einfluss auf die ertragbare Spannungsamplitude. Die nur geringfügige Zunahme der Dauerfestigkeit trotz signifikanter Druckeigenspannungen weist demnach auf eine geringe Mittelspannungsempfindlichkeit der UFG Gefüge in Spaltbiegeprofilen hin, wie sie auch von Landersheim et al. [Landersheim, 2009] an ultrafeinkörnigen Spaltprofilen festgestellt wurde.

6. Zusammenfassung

Plasmanitrieren von Spaltprofilen mit UFG Gradientengefügen

Im Hinblick auf eine mögliche Anwendung von Spaltprofilen als Linearführungen soll die Härte und somit die Verschleißbeständigkeit der UFG Gradientengefüge in Spaltprofilen durch Plasmanitrieren weiter verbessert werden. Aufgrund der geringen thermischen Stabilität der UFG Gefüge müssen geeignete Prozesstemperaturen gefunden werden, um zum einen geschlossene Verbindungsschichten zu erzeugen und eine Steigerung der Bauteilhärte zu gewährleisten, und zum anderen nicht durch zu hohe Prozesstemperaturen das UFG Gradientengefüge in Spaltprofilen zu zerstören.

Prozesstemperaturen von 500°C, welche im Falle einer reinen Wärmebehandlung von UFG Gefügen zu einem deutlichen Härteverlust durch Erholungsprozesse führen, bewirken im Fall einer Nitrierbehandlung eine deutliche Härtezunahme. Bedingt durch die Stabilisation des Gefüges durch den eindiffundierenden Stickstoff bzw. Nitridausscheidungen, finden Kornvergrößerungsprozesse nur gehemmt statt, das Gefüge bleibt ultrafeinkörnig. Auch nach einer dem Nitrierprozess angeschlossenen Wärmebehandlung bei Temperaturen, welche in unbehandelten UFG Gefügen bereits zu einer Rekristallisation des Gefüges führen, wird die zeilige Kornform erhalten. Die Korngröße bleibt im Submikrometerbereich und die Härte des Materials bleibt weitgehend bestehen. Die Nitrierbehandlung ermöglicht somit den Erhalt der ultrafeinkörnigen Gefüge und ihrer guten mechanischen Eigenschaften auch nach dem Einsatz bei erhöhten Temperaturen.

Es zeigt sich, dass die im Bereich der ultrafeinkörnigen Oberfläche erreichte Härte unabhängig von der Prozesstemperatur ist; Nitrieren bei 300°C führt zu der gleichen Härte wie das Nitrieren bei 500°C. Der Unterschied zu höheren Prozesstemperaturen liegt in der Einflusszone des Stickstoffes; diese ist im Falle niedriger Prozesstemperaturen deutlich geringer, die Härte nimmt somit schon in wesentlich geringerer Tiefe auf das Niveau des unbehandelten Zustandes ab.

Die Einflusszone des Stickstoffes ist im Bereich des UFG Gefüges sowie im kaltverfestigten Gefügebereich nahezu identisch. Trotz der durch die hohe Defektdichte beschleunigt stattfindenden Korngrenzdiffusion in UFG Gefügen wird im Bereich des UFG Gefüges von Spaltprofilen im Vergleich zu einem kaltverfestigten Gefüge keine größere Eindringtiefe des Stickstoffes festgestellt. Aufgrund der stark gelängten, pancake-förmigen Kornform der UFG Gefüge in Spaltprofilen liegen im Vergleich zu nanokristallinen bzw. gleichachsigen UFG Gefügen deutlich längere Diffusionswege für eine Korngrenzdiffusion von Stickstoff in das Material hinein vor. Dies verursacht einen langsameren Stickstofftransport senkrecht zur gespaltenen Oberfläche der Spaltprofile, welcher den Vorteil der beschleunigt stattfindenden Diffusion im Bereich des UFG Gefüges kompensiert.

Die Dichte an Korngrenzen an der ultrafeinkörnigen Bauteiloberfläche ist in Spaltprofilen durch die pancake-förmige Kornform der UFG Gefüge deutlich geringer als in nanokristallinen bzw. gleichachsigen UFG Gefügen. Die erreichten Verbindungsschichtdicken, insbesondere bei tiefen Nitriertemperaturen, unterscheiden sich daher deutlich; die UFG Gefüge in Spaltprofilen weisen wesentlich dünnere Verbindungsschichtdicken auf als nanokristalline bzw. ultrafeinkörnige Gefüge mit gleichachsigen Körnern.

Im Vergleich zu dem kaltverfestigtem Material an der Flanschunterseite bzw. dem grobkörnigen Stegmaterial zeigen die UFG Gefüge in Spaltprofilen hingegen, insbesondere bei tiefen Prozesstemperaturen, eine verbesserte Nitrierbarkeit. Während sich nach dem Nitrieren mit tiefen Prozesstemperaturen im Bereich des kaltverfestigten bzw. des grobkörnigen Gefüges keine geschlossenen Verbindungsschichten ausbilden, liegen im UFG Gefüge geschlossene Verbindungsschichten vor, bedingt durch die höhere Dichte an Korngrenzen und der somit höheren Anzahl an Nukleationszentren.

Die bessere Nitrierbarkeit der ultrafeinkörnigen Oberflächen in Spaltprofilen werden durch die hohe Versetzungsdichte sowie durch die hohe Korngrenzdichte der UFG Gefüge hervorgerufen. Um den Einfluss dieser beiden Faktoren auf die Nitrierbarkeit der UFG Gradientengefüge in Spaltprofilen genauer zu untersuchen, wurde der Beitrag von Versetzungsdichte und geringer Korngröße auf die Eigenschaftsverbesserungen separiert. Hierzu wurde die hohe Versetzungsdichte durch eine dem Nitrierprozess vorgeschaltete Wärmebehandlung deutlich verringert.

Die Bildung der Verbindungsschicht zeigt sich als unabhängig von der Versetzungsdichte, geringe Nitriertemperaturen führen nach wie vor zu der Bildung geschlossener Verbindungsschichten gleicher Dicke. Die Zusammensetzung der Verbindungsschichten plasmanitrierter (500°C 10 h) UFG Gefüge ändert sich durch die verringerte Versetzungsdichte, es tritt eine vermehrte Bildung von ϵ -Nitriden auf. Die defektreichen Korngrenzen im Bereich des UFG Gefüges befinden sich durch die Wärmebehandlung mehr im Gleichgewicht, was eine Verringerung der Diffusionsgeschwindigkeit des Stickstoffes verursacht. Im Fall der wärmebehandelten Proben liegt somit eine deutlich geringere Stickstoffdiffusion in das Material hinein vor, dadurch können sich an der Werkstückoberfläche schon früher hohe Stickstoffkonzentrationen einstellen, welche die Bildung von ϵ -Nitriden begünstigen.

Nitrieren von UFG Gefügen mit verringerter Versetzungsdichte führt im Fall tiefer Prozesstemperaturen nur zu einer geringfügig gesteigerten Härte. Die in der hohen Versetzungsdichte sowie in der hohen Korngrenzdichte gespeicherte Energie der UFG Gefüge bewirkt eine Triebkraft, welche die Bildung von Nitriden auch bei tiefen Prozesstemperaturen ermöglicht. Wird die Versetzungsdichte verringert, entfällt ihr Beitrag auf die Triebkraft zur Nitridbildung. Ultrafeinkörnige Proben mit verringerter Versetzungsdichte weisen demzufolge nach dem Nitrieren mit tiefen Prozesstemperaturen vermutlich weniger Nitride auf, was sich in einer verringerten Härte äußert. Zusätzlich entfällt der Beitrag der Versetzungsdichte auf die Härte nach dem Nitrieren, was eine zusätzliche Härteabnahme verursacht.

Durch die Verringerung der Versetzungsdichte liegt die Härte vor dem Nitrieren bei deutlich geringeren Werten, verglichen mit einem unbehandelten Spaltprofil. Nitrier-temperaturen von 500°C führen, unabhängig von der Versetzungsdichte, zu dem gleichen Härteanstieg im Bereich des UFG Gefüges. Dies weist darauf hin, dass während des Nitrierens eines unbehandelten Spaltprofils zunächst Erholungsprozesse stattfinden, welche zu einem Härteverlust führen. Dieser Härteverlust wird durch den härtesteigernden Effekt des Nitrierens ausgeglichen. Die durch die Nitrierbehandlung tatsächlich erreichte Härtesteigerung ist demnach im ultrafeinkörnigen Gefüge deutlich größer als im kaltverfestigten Gefüge. Das UFG Gefüge weist somit auch bei erhöhten Nitriertemperaturen eine bessere Nitriereignung auf, als das kaltverfestigte bzw. das grobkörnige Gefüge.

Neben einer gesteigerten Härte nimmt auch die Zugfestigkeit sowie die Lebensdauer unter zyklischer Belastung der UFG Gefüge in Spaltprofilen durch eine Plasmanitrierbehandlung zu. Die harte Verbindungsschicht wirkt sich positiv auf die Ermüdungsfestigkeit der UFG Gefüge aus, indem sie einer Rissbildung entgegenwirkt. Auch die hohe Härte der Diffusionszone trägt zu einer Verbesserung der Lebensdauer unter Ermüdungsbelastung bei. Die stützende Wirkung der Diffusionszone sowie die hohe Härte der Verbindungsschicht wirken sich zudem positiv auf den Widerstand des Materials gegenüber Wälzverschleiß aus. Während eine Wälzbeanspruchung auf das unbehandelte ultrafeinkörnige Material eine deutliche Einwirkung auf das Gefüge zeigt, werden im korrespondierenden nitrierten UFG Material weder Abplatzungen bzw. ein Abtrag der Verbindungsschicht, noch eine Einwirkung auf das darunter liegende Gefüge beobachtet.

Aus technologischer Sicht bieten höhere, konventionelle Nitriertemperaturen für die Eigenschaften plasmanitrierter Spaltprofile mehr Vorteile als sehr geringe Nitriertemperaturen. Nitriertemperaturen von 500°C ermöglichen nicht nur deutlich dickere Verbindungsschichten und eine über größere Gefügebereiche hin ausgedehnte Härtesteigerung, sondern auch eine signifikant verbesserte thermische Stabilität des UFG Gefüges und seiner mechanischen Eigenschaften. Im Falle tiefer Nitriertemperaturen liegt deutlich weniger Stickstoff im Material vor, eine Stabilisierung des Gefüges bei erhöhten Einsatztemperaturen findet demnach nur in einem oberflächennahen Bereich statt, in der Bauteilmitte sinkt die Härte auf den Wert einer reinen Wärmebehandlung ab. Die Stützwirkung des Gefüges geht somit weitgehend verloren. Da schon während des Nitrierprozesses eine Stabilisation des UFG Gefüges durch den eindiffundierenden Stickstoff stattfindet, ist es im Fall von Spaltprofilen nicht notwendig zu geringeren Prozesstemperaturen überzugehen. Da die UFG Gefüge in Spaltprofilen im Bereich der Werkstückoberfläche auftreten und die thermische Stabilität des Gefüges mit zunehmendem Abstand von der gespaltenen Oberfläche zunimmt, ist die thermische Stabilisation des Gefüges im oberflächennahen Bereich durch eine Plasmanitrierbehandlung im Fall von Spaltprofilen besonders wirksam.

Kugelstrahlen von Spaltbiegeprofilen mit UFG Gradientengefügen

Verzweigte Profile eignen sich unter anderem für den Einsatz in der Luftfahrt. Hierbei sind insbesondere die Eigenschaften unter zyklischer Belastung von Interesse. Mithilfe der Spaltbiegetechnologie ist die Herstellung von Stringerprofilen und somit der Einsatz im Flugzeugbau möglich, demzufolge ist eine Verbesserung ihrer Ermüdungseigenschaften anzustreben. Ein gängiges Verfahren hierzu stellt das Kugelstrahlen dar, welches sich insbesondere für geometrisch komplizierte Bauteile eignet.

Der Einfluss von Kugelstrahlen auf UFG Gefüge ist bislang weitgehend unbekannt. Durch ihre hohe Festigkeit bieten UFG Gefüge prinzipiell ein großes Potential zum Einbringen von Druckeigenspannungen. Am Beispiel von Kugelstrahlen ultrafeinkörniger Gradientengefüge kann gezeigt werden, dass eine Ausbildung merklicher Druckeigenspannungen stattfindet. Bedingt durch das geringe Verfestigungsvermögen der UFG Gefüge in Spaltbiegeprofilen führt Kugelstrahlen nicht zu einer Härtezunahme des Werkstoffes. Die UFG Gefüge erweisen sich als zyklisch stabil.

Dennoch kann durch Kugelstrahlen keine Verbesserung der Ermüdungseigenschaften der ultrafeinkörnigen Gefüge erreicht werden. Bestenfalls bleiben die Ermüdungseigenschaften unverändert, im Fall zu hoher bzw. zu niedriger Strahlrücke verschlechtert sich die Lebensdauer der UFG Gefüge unter zyklischer Belastung. Eine weitere Optimierung des Strahlrucks lässt nur eine geringfügige Steigerung der Lebensdauer erwarten, d.h. durch Kugelstrahlen kann die Ermüdungsfestigkeit der UFG Gefüge in Spaltbiegeprofilen, trotz Einbringung hoher Druckeigenspannungen, nicht signifikant gesteigert werden. Eine Integration von Kugelstrahlen in den kontinuierlichen Spaltbiegeprozess scheint im Hinblick auf die mögliche Verschlechterung der Ermüdungseigenschaften von UFG Gefügen daher nicht sinnvoll.

Der rissfreie Zustand dauerfester, ultrafeinkörniger Proben weist auf eine rissbildungsbestimmte Lebensdauer hin. Die Rissbildung wird durch die Verfestigung des Materials sowie durch die induzierte Rauigkeit beeinflusst. Kugelstrahlen verursacht keine Verfestigung, jedoch eine deutliche Aufrauung der Bauteiloberfläche. Durch die hohe Kerbempfindlichkeit von UFG Gefügen verursacht die Rauigkeit eine tendenzielle Verschlechterung der Ermüdungseigenschaften der kugelgestrahlten, ultrafeinkörnigen Gefüge. Durch die Abhängigkeit der Lebensdauer von der Rissbildung liegt die Dauerfestigkeit in einem Spannungsbereich, in dem noch keine Rissbildung stattfindet. Die durch das Kugelstrahlen induzierten Druckeigenspannungen haben daher keinen signifikanten Einfluss auf die Dauerfestigkeit der UFG Gefüge.

Um den Einfluss der Druckeigenspannungen genauer zu untersuchen, wurde die Oberflächenrauigkeit durch elektrolytisches Polieren beseitigt. Die Beseitigung der Rauigkeit führt zu einem relativ geringen Anstieg der Dauerfestigkeit, die Lebensdauern der kugelgestrahlten, elektrolytisch polierten Proben liegen nur wenig oberhalb der Lebensdauern des korrespondierenden ungestrahlten Zustands. Als mögliche Ursache hierfür kommt eine geringe Mittelspannungsempfindlichkeit der UFG Gefüge in Spaltbiegeprofilen in Frage.

7. Ausblick

In der Literatur wurde eine beschleunigte Prozesskinetik für nanokristalline bzw. gleichachsige UFG Gefüge festgestellt. Im Fall von Spaltprofilen war der Unterschied der Prozesskinetik zwischen pancake-förmigen UFG Gefügen und einem kaltverfestigten Gefüge bzw. grobkörnigen Gefügen weniger stark ausgeprägt. Um eine exaktere Bestimmung des Einflusses der Korngrenzdicke auf die Prozesskinetik während des Nitrierens zu erreichen, könnte ein gezieltes Nitrieren von Flach- und Querschliffen von Flanschen aus Spaltprofilen durchgeführt werden. Die unterschiedlichen Gefügeabmessungen in Flach- und Querschliff könnten so im Hinblick auf ihre Nitriereignung verglichen werden und Rückschlüsse auf den Zusammenhang zwischen Korngrenzdicke und Nitriereignung zulassen.

Die Ermüdungseigenschaften ultrafeinkörniger Gefüge haben sich durch eine Nitrierbehandlung aufgrund der positiven Wirkung der hohen Härte der Verbindungsschicht sowie der stützenden, harten Diffusionszone deutlich verbessert. Der Einfluss der harten Verbindungsschicht auf das Ermüdungsverhalten ultrafeinkörniger Gefüge könnte näher untersucht werden, indem Ermüdungsversuche an ultrafeinkörnigen Proben durchgeführt werden, welche bei äquivalenten Prozesstemperaturen verbindungs-schichtfrei nitriert werden. Ermüdungsversuche an ultrafeinkörnigen Proben, welche bei niedrigen Prozesstemperaturen nitriert wurden, könnten die Rolle der stützenden Diffusionszone auf die Ermüdungseigenschaften genauer beleuchten, da sie im Vergleich zu den in dieser Arbeit untersuchten, bei 500°C nitrierten Proben, einen wesentlich geringeren Einflussbereich des Stickstoffes aufweisen.

Durch die pancake-förmige Kornform der UFG Gefüge in Spaltprofilen könnte unter zyklischer Belastung eine Rissablenkung entlang der parallel zur Oberfläche ausgerichteten Korngrenzen stattfinden. Durch das Beobachten des Rissfortschritts gezielt eingebrachter feiner Risse im Bereich der UFG Gefüge in Spaltprofilen könnte festgestellt werden, ob die gelangte Kornform der UFG Gefüge tatsächlich zu einer Rissablenkung führt oder ob lediglich Sekundärrisse entlang der gelangten, geschwächten Korngrenzen auftreten.

Um die in dieser Arbeit gefundenen Erkenntnisse bezüglich des Kugelstrahlens ultrafeinkörniger Gradientengefüge besser einordnen zu können, wären weitere Untersuchungen an anderen kugelgestrahlten, ultrafeinkörnigen Werkstoffen sinnvoll. Hierfür kämen insbesondere Werkstoffe in Frage, welche im grobkörnigen Ausgangszustand eine Verbesserung ihrer Ermüdungseigenschaften durch eine Kugelstrahlbehandlung zeigen.

Eine weitere Überlegung wäre eine mögliche Steigerung der Ermüdungsfestigkeit ultrafeinkörniger Gefüge mithilfe von Festwalzen zu untersuchen. Mittels Festwalzen können, ohne Aufrauung der Oberfläche, Druckeigenspannungen eingebracht werden, die in Betrag und Tiefe im Vergleich zum Kugelstrahlen bei größeren Werten liegen. Zudem besteht die Möglichkeit, durch Festwalzen eine Segmentierung der pancake-förmigen Körner im Bereich des UFG Gefüges von Spaltprofilen bzw. Spaltbiegeprofilen zu erreichen, was ein gesteigertes Nitrierverhalten verursachen könnte.

8. Literaturverzeichnis

- BELYAKOV, A., SAKAI, T., MIURA, H. & TSUZAKI, K. 2001. Grain refinement in copper under large strain deformation. *Philosophical Magazine A*, 81, 2629-2643.
- BERGMANN, W. 1991. Werkstofftechnik Teil 2: Anwendungen, Carl Hanser Verlag. ISBN 3-446-15599-6.
- BOHN, T., BRUDER, E. & MÜLLER, C. 2008a. Formation of ultrafine-grained microstructure in HSLA steel profiles by linear flow splitting. *Journal of Materials Science*, 43, 7307-7312.
- BOHN, T., BRUDER, E. & MÜLLER, C. 2008b. Charakteristische Eigenschaften von Spaltprofilen. 2. Zwischenkolloquium SFB 666, 2008, Darmstadt. Meisenbach Verlag GmbH, 1-6.
- BOHN, T. 2010. Gefüge und mechanische Eigenschaften verzweigter Blechstrukturen. TU Darmstadt.
- BOR, S. & ATASOY, Ö. E. 1977. The nitriding of Fe-V alloys. *Metallurgical Transactions A*, 8, 975-979.
- BROSZEIT, E. & STEINDORF, H. 1989. Mechanische Oberflächenbehandlung, Festwalzen-Kugelstrahlen-Sonderverfahren, DGM. ISBN 3-88355-156-2.
- BRUDER, E., BOHN, T., RULLMANN, F. & MÜLLER, C. 2009. Severe Deformation by Linear Flow Splitting of Low Alloyed Steels. TMS Annual Meeting & Exhibition, 2009. 199-206.

-
- BRUDER, E. & MÜLLER, C. 2010. Severe Plastic Deformation of Sheet Metal by Linear Flow Splitting. *Proceedings of the 16th International Symposium on Plasticity and Its Current Applications*, St. Kitts, 190-192.
- BRUDER, E. 2011. Thermische Stabilität von Stählen mit ultrafeinkörnigen Gradientengefügen und deren mechanische Eigenschaften. Technische Universität Darmstadt.
- BRUDER, E., BOHN, T., MÜLLER C. 2008. Properties of UFG HSLA Steel Profiles Produced by Linear Flow Splitting. *Materials Science Forum*, 584-586, 661-666.
- CHRIST, H.-J. 1991. Wechselerformung von Metallen, Springer Verlag. ISBN 3-540-53962-X.
- DAI, K. & SHAW, L. 2007. Comparison between shot peening and surface nanocrystallization and hardening processes. *Materials Science and Engineering: A*, 463, 46-53.
- DAI, K. & SHAW, L. 2008. Analysis of fatigue resistance improvements via surface severe plastic deformation. *International Journal of Fatigue*, 30, 1398-1408.
- DALLA TORRE, F., LAPOVOK, R., SANDLIN, J., THOMSON, P. F., DAVIES, C. H. J. & PERELOMA, E. V. 2004. Microstructures and properties of copper processed by equal channel angular extrusion for 1–16 passes. *Acta Materialia*, 52, 4819-4832.
- DE KLOE, R. 2007. Vortrag im Rahmen der "OIM Academy Wiesbaden". Firma EDAX.
- DOHERTY, R. D., HUGHES, D. A., HUMPHREYS, F. J., JONAS, J. J., JENSEN, D. J., KASSNER, M. E., KING, W. E., MCNELLEY, T. R., MCQUEEN, H. J. & ROLLETT, A. D. 1997. Current issues in recrystallization: a review. *Materials Science and Engineering: A*, 238, 219-274.

-
- EL DSOKI, C. & HANSELKA, H. 2007. Ermittlung zyklischer Werkstoffkennwerte für schwingbeanspruchte spaltprofilierte Bauteile. In: GROCHE, P., ed. 1. Zwischenkolloquium des SFB 666, 2007. Meisenbach Verlag, 103-108.
- FERKEL, H., GLATZER, M., ESTRIN, Y. & VALIEV, R. Z. 2002. RF plasma nitriding of a severely deformed high alloyed steel. *Scripta Materialia*, 46, 623-628.
- FERKEL, H., GLATZER, M., ESTRIN, Y., VALIEV, R. Z., BLAWERT, C. & MORDIKE, B. L. 2003. RF plasma nitriding of severely deformed iron-based alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 348, 100-110.
- FIGUEIREDO, R. B., KAWASAKI, M., XU, C. & LANGDON, T. G. 2008. Achieving superplastic behavior in fcc and hcp metals processed by equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 493, 104-110.
- FURUKAWA, M., IWAHASHI, Y., HORITA, Z., NEMOTO, M. & LANGDON, T. G. 1998. The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 257, 328-332.
- FURUKAWA, M., HORITA, Z., NEMOTO, M. & LANGDON, T. G. 2001. Review: Processing of metals by equal-channel angular pressing. *Journal of Materials Science*, 36, 2835-2843.
- FURUYA, Y., HIRUKAWA, H., MATSUOKA, S., TORIZUKA, S. & KUWAHARA, H. 2008. Fatigue Properties of Nitrided Ultrafine Ferrite-Cementite Steels under Rotating Bending Fatigue Testing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 39, 2068-2076.
- GERTSMAN, V. Y., VALIEV, R. Z., AKHMADEEV, N. A. & MISHIN, O. V. 1996. Deformation behaviour of ultrafine-grained materials. *Metastable, Mechanically Alloyed and Nanocrystalline Materials, Pts 1 and 2*, 225, 739-744.

GLEITER, H. 1989. Nanocrystalline materials. *Progress in Materials Science*, 33, 223-315.

GOTTSTEIN, G. 2001. *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer. ISBN 3-540-41961-6.

GRAY, H., WAGNER, L. & LÜTJERING, G. 1987. Influence of shot peening induced surface roughness, residual macrostresses and dislocation density on the elevated temperature HCF-properties of Ti alloys. *In: WOHLFAHRT, H., KOPP, R. & VÖHRINGER, O., eds. International Conference Shot Peening 3*, Oberursel. DGM Informationsgesellschaft, 447-458.

GROCHE, P. & RINGLER, J. 2007a. Neue Produkte und Produkteigenschaften durch integral gefertigte verzweigte Strukturen aus Blech. *In: GROCHE, P., ed. 1. Zwischenkolloquium des SFB 666, 2007*. Meisenbach Verlag, 17-24.

GROCHE, P., RINGLER, J. & VUCIC, D. 2007b. New forming processes for sheet metal with large plastic deformation. *Sheet Metal 2007*, 344, 251-258.

GROCHE, P., VUCIC, D. & JÖCKEL, M. 2007c. Basics of linear flow splitting. *Journal of Materials Processing Technology*, 183, 249-255.

GU, J. F., BEI, D. H., PAN, J. S., LU, J. & LU, K. 2002. Improved nitrogen transport in steels during surface nanocrystallized low-carbon gaseous nitridation. *Materials Letters*, 55, 340-343.

HADZIMA, B., JANECEK, M., ESTRIN, Y. & KIM, H. S. 2007. Microstructure and corrosion properties of ultrafine-grained interstitial free steel. *Materials Science and Engineering: A*, 462, 243-247.

HALL, E. O. 1951. The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results. *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 64, 747.

-
- HANLON, T., KWON, Y. N. & SURESH, S. 2003. Grain size effects on the fatigue response of nanocrystalline metals. *Scripta Materialia*, 49, 675-680.
- HANSEN, N., MEHL, R. & MEDALIST, A. 2001. New discoveries in deformed metals. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32, 2917-2935.
- HIRSCH, T. K., ROCHA, A. D., RAMOS, F. D. & STROHAECKER, T. R. 2004. Residual stress-affected diffusion during plasma nitriding of tool steels. *Metallurgical and Materials Transactions: A*, 35A, 3523-3530.
- HOHENWARTER, A. & PIPPAN, R. 2010. Anisotropic fracture behavior of ultrafine-grained iron. *Materials Science and Engineering: A*, 527, 2649-2656.
- HÖPPEL, H.-W., MUGHRABI, H. & VINOGRADOV, A. 2009. Fatigue Properties of Bulk Nanostructured Materials. In: ZEHETBAUER, M. J. & ZHU, Y. T. (eds.) *Bulk Nanostructured Materials*. Wiley-VCH. ISBN 978-3-527-31524-6.
- HORITA, Z., FURUKAWA, M., NEMOTO, M. & LANGDON, T. G. 2000. Development of fine grained structures using severe plastic deformation. *Materials Science and Technology*, 16, 1239-1245.
- HORITA, Z., FUJINAMI, T. & LANGDON, T. G. 2001. The potential for scaling ECAP: effect of sample size on grain refinement and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*, 318, 34-41.
- HUANG, S. J., SEMENOV, V. I., SHUSTER, L. S. & LIN, P. C. 2011. Tribological properties of the low-carbon steels with different micro-structure processed by heat treatment and severe plastic deformation. *Wear*, 271, 705-711.
- HUANG, Y. & LANGDON, T. G. 2013. Advances in ultrafine-grained materials. *Materials Today*, 16, 85-93.

-
- HUCHEL, U. 2010. Plasmanitrieren und -nitrocarburieren. In: LIEDTKE, D. (ed.) *Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen II, Nitrieren und Nitrocarburieren*. expert Verlag. ISBN 978-3-8169-2902-4.
- HUGHES, D. A. & HANSEN, N. 1997. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. *Acta Materialia*, 45, 3871-3886.
- IVANISENKO, Y., WUNDERLICH, R. K., VALIEV, R. Z. & FECHT, H. J. 2003. Annealing behaviour of nanostructured carbon steel produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 49, 947-952.
- IWAHASHI, Y., WANG, J., HORITA, Z., NEMOTO, M. & LANGDON, T. G. 1996. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. *Scripta Materialia*, 35, 143-146.
- JIA, D., WANG, Y. M., RAMESH, K. T., MA, E., ZHU, Y. T. & VALIEV, R. Z. 2001. Deformation behavior and plastic instabilities of ultrafine-grained titanium. *Applied Physics Letters*, 79, 611-613.
- JIANG, H., ZHU, Y. T., BUTT, D. P., ALEXANDROV, I. V. & LOWE, T. C. 2000. Microstructural evolution, microhardness and thermal stability of HPT-processed Cu. *Materials Science and Engineering: A*, 290, 128-138.
- KARAMIS, M. B. & GERCEKCIOGLU, E. 2000. Wear behaviour of plasma nitrided steels at ambient and elevated temperatures. *Wear*, 243, 76-84.
- KAUNE, V., MÜLLER, C. 2012. Formation of UFG-surface layers on a HSLA steel by a continuous Surface-SPD-Process. *Materials Science and Engineering: A*, 535, 1-5.
- KHODABAKHSHI, F. & KAZEMINEZHAD, M. 2011. The annealing phenomena and thermal stability of severely deformed steel sheet. *Materials Science and Engineering: A*, 528, 5212-5218.

-
- KIM, H.-K., CHOI, M.-I., CHUNG, C.-S. & SHIN, D. H. 2003. Fatigue properties of ultrafine grained low carbon steel produced by equal channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 340, 243-250.
- KIRKWOOD, D. H., ATASOY, O. E. & KEOWN, S. R. 1974. The Structure of Nitrided and Annealed Iron-Titanium Alloys. *Metal Science*, 8, 49-55.
- KLUBBERG, F., SCHÄFER, H. J., HEMPEN, M. & BEISS, P. 2007. Kennwertbeziehungen für die Normal- und Torsions-Mittelspannungsempfindlichkeit metallischer Werkstoffe. *Kennwertermittlung für die Praxis*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. ISBN 978-3-527-30674-9.
- KOCH, C. C., SCATTERGOOD, R. O., DARLING, K. A. & SEMONES, J. E. 2008. Stabilization of nanocrystalline grain sizes by solute additions. *Journal of Materials Science*, 43, 7264-7272.
- KOLOBOV, Y. R., GRABOVETSKAYA, G. P., IVANOV, M. B., ZHILYAEV, A. P. & VALIEV, R. Z. 2001. Grain boundary diffusion characteristics of nanostructured nickel. *Scripta Materialia*, 44, 873-878.
- KUMAR, K. S., VAN SWYGENHOVEN, H. & SURESH, S. 2003. Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys. *Acta Materialia*, 51, 5743-5774.
- KUNZ, L., LUKAS, P. & SVOBODA, M. 2006. Fatigue strength, microstructural stability and strain localization in ultrafine-grained copper. *Materials Science and Engineering: A*, 424, 97-104.
- LANDERSHEIM, V., EIGENMANN, B., EL DSOKI, C., BRUDER, T., SONSINO, C. M. & HANSELKA, H. 2009. Analyse der Wirkung von Kerben, Mittel- und Eigenspannungen auf die Schwingfestigkeit des hochumgeformten Werkstoffbereichs von Spaltprofilen. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 40, 663-675.

-
- LÄPPLE, V. 2008. Einführung in die Festigkeitslehre: Lehr- und Übungsbuch, Vieweg & Teubner. ISBN 978-3-8348-0426-6.
- LERCHE, L. 2010. Gasnitrieren und -nitrocarburieren. In: LIEDTKE, D. (ed.) *Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen II*. expert Verlag. ISBN 978-3-8169-2902-4.
- LI, B. L., TSUJI, N. & KAMIKAWA, N. 2006. Microstructure homogeneity in various metallic materials heavily deformed by accumulative roll-bonding. *Materials Science and Engineering: A*, 423, 331-342.
- LI, Y., WANG, L. A., ZHANG, D. D. & SHEN, L. 2010. The effect of surface nanocrystallization on plasma nitriding behaviour of AISI 4140 steel. *Applied Surface Science*, 257, 979-984.
- LIAN, J., VALIEV, R. Z. & BAUDELET, B. 1995. On the enhanced grain growth in ultrafine grained metals. *Acta Metallurgica et Materialia*, 43, 4165-4170.
- LIEDTKE, D. 2010. Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen II; Nitrieren und Nitrocarburieren, expert Verlag. ISBN 978-3-8169-2902-4.
- LIN, Y. M., LU, J., WANG, L. P., XU, T. & XUE, Q. J. 2006. Surface nanocrystallization by surface mechanical attrition treatment and its effect on structure and properties of plasma nitrided AISI 321 stainless steel. *Acta Materialia*, 54, 5599-5605.
- LIU, G., WANG, S. C., LOU, X. F., LU, J. & LU, K. 2001. Low carbon steel with nanostructured surface layer induced by high-energy shot peening. *Scripta Materialia*, 44, 1791-1795.

-
- LU, K. & LU, J. 1999. Surface nanocrystallization (SNC) of metallic materials- presentation of the concept behind a new approach. *Journal of Materials Science & Technology*, 15, 193-197.
- LU, K. & LU, J. 2004. Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 375, 38-45.
- LU, K. & SHAW, L. 2009. Bulk Materials with a Nanostructured Surface and Coarse-grained Interior. In: ZEHETBAUER, M. J. & ZHU, Y. T. (eds.) *Bulk Nanostructured Materials*. Wiley-VCH. ISBN 978-3-527-31524-6.
- LUKÁŠ, P., KUNZ, L. & SVOBODA, M. 2005. Fatigue notch sensitivity of ultrafine-grained copper. *Materials Science and Engineering: A*, 391, 337-341.
- MANOHAR, P. A., FERRY, M. & CHANDRA, T. 1998. Five Decades of the Zener Equation. *ISIJ International*, 38, 913-924.
- MOLODOVA, X., GOTTSTEIN, G., WINNING, M. & HELLMIG, R. J. 2007. Thermal stability of ECAP processed pure copper. *Materials Science and Engineering: A*, 460-461, 204-213.
- MÜGGENBURG, M. 2012. Wälzbeanspruchung ultrafeinkörniger Gefüge. Diplomarbeit, TU Darmstadt.
- MUGHRABI, H. & HÖPPEL, H.-W. 2001. Cyclic Deformation and Fatigue Properties of Ultrafine-Grain Size Materials: A Review of the Current Status. In: FARKAS, D., KUNG, H., MAYO, M., V.SWYGENHOFEN, H. & WEERTMAN, J. R. (eds.) *Structure and Mechanical Properties of Nanophase Materials - Theory and Computer Simulation vs. Experiment*. MRS Proceedings.

-
- MUGHRABI, H., HÖPPEL, H.-W., KAUTZ, M. & VALIEV, R. Z. 2003. Annealing treatments to enhance thermal stability of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation. *Zeitschrift für Metallkunde*, 94, 1079-1083.
- MUGHRABI, H., HOPPEL, H. W. & KAUTZ, M. 2004. Fatigue and microstructure of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 51, 807-812.
- MUGHRABI, H. & HÖPPEL, H. W. 2010. Cyclic deformation and fatigue properties of very fine-grained metals and alloys. *International Journal of Fatigue*, 32, 1413-1427.
- MÜLLER, C., POMPE, O. & RETTENMAYR, M. 1998. Silizide als Barriere für Kornwachstum in TIMETAL 1100, München, Hanser.
- MÜLLER, C., BOHN, T., BRUDER, E., BRUDER, T., LANDERSHEIM, V., EL DSOKI, C., GROCHE, P. & VELEVA, D. 2007. Severe plastic deformation by linear flow splitting. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 38, 842-854.
- MÜLLER, C., BOHN, T., BRUDER, E. & GROCHE, P. 2008. UFG-Microstructures by Linear Flow Splitting. *Materials Science Forum*, 584-586, 68-73.
- MURZAEV, R. T. & NAZAROV, A. A. 2006. Energies of formation and activation for migration of grain-boundary vacancies in a nickel bicrystal containing a disclination. *The Physics of Metals and Metallography*, 102, 198-204.
- NAKASHIMA, K., HORITA, Z., NEMOTO, M. & LANGDON, T. G. 1998. Influence of channel angle on the development of ultrafine grains in equal-channel angular pressing. *Acta Materialia*, 46, 1589-1599.
- NATTER, H., SCHMELZER, M. & HEMPELMANN, R. 1998. Nanocrystalline nickel and nickel-copper alloys: Synthesis, characterization, and thermal stability. *Journal of Materials Research*, 13, 1186-1197.

-
- NIENDORF, T., CANADINC, D., MAIER, H. J. & KARAMAN, I. 2008. The role of heat treatment on the cyclic stress–strain response of ultrafine-grained interstitial-free steel. *International Journal of Fatigue*, 30, 426-436.
- PAO, P. S., JONES, H. N., CHENG, S. F. & FENG, C. R. 2005. Fatigue crack propagation in ultrafine grained Al–Mg alloy. *International Journal of Fatigue*, 27, 1164-1169.
- PARK, K. T., KIM, Y. S., LEE, J. G. & SHIN, D. H. 2000. Thermal stability and mechanical properties of ultrafine grained low carbon steel. *Materials Science and Engineering: A*, 293, 165-172.
- PARK, K. T. & SHIN, D. H. 2002. Annealing behavior of submicrometer grained ferrite in a low carbon steel fabricated by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A*, 334, 79-86.
- PETCH, N. J. 1953. The cleavage strength of polycrystals. *J. Iron Steel Inst. Lond.*, 173, 25-28.
- POHL, M., AL-RUBAIE, K. S. & STEINMEIER, F. 1997. Schichtcharakterisierung nitrocarburierter Stähle. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 28, 158-166.
- PRAGNELL, P. B., BOWEN, J. R. & GHOLINIA, A. 2001. The formation of submicron and nanocrystalline grain structures by severe plastic deformation. *Proceedings of the 22th Riso International Symposium on Materials Science, Roskilde, Denmark*.
- RINGLER, J. & GROCHE, P. 2007. Grundlagen des Spaltbiegens. 1. *Zwischenkolloquium SFB 666, Tagungsband*, 73-78.

-
- RINGLER, J. & GROCHE, P. 2008. Spaltbiegen – Ein neues Verfahren für integrale Verzweigungen aus der Blechmitte. *Tagungsband 2. Zwischenkolloquium SFB 666, TU Darmstadt*, 63-71.
- ROLAND, T., RETRAINT, D., LU, K. & LU, J. 2006. Fatigue life improvement through surface nanostructuring of stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment. *Scripta Materialia*, 54, 1949-1954.
- RÖSLER, J., HARDERS, H. & BÄKER, M. 2006. Mechanisches Verhalten der Werkstoffe, Teubner Verlag. ISBN-10 3-8351-0008-4.
- SAITO, Y., UTSUNOMIYA, H., TSUJI, N. & SAKAI, T. 1999. Novel ultra-high straining process for bulk materials—development of the accumulative roll-bonding (ARB) process. *Acta Materialia*, 47, 579-583.
- SAKAI, G., HORITA, Z. & LANGDON, T. G. 2005. Grain refinement and superplasticity in an aluminum alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*, 393, 344-351.
- SCHAFLE, E., STEINER, G., KORZNIKOVA, E., KERBER, M. & ZEHETBAUER, M. J. 2005. Lattice defect investigation of ECAP-Cu by means of X-ray line profile analysis, calorimetry and electrical resistometry. *Materials Science and Engineering: A*, 410-411, 169-173.
- SCHOLTES, B. & VÖHRINGER, O. 1993. Ursachen, Ermittlung und Bewertung von Randschichtveränderungen durch Kugelstrahlen. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 24, 421-431.
- SCHULZE, V. 2006. Modern Mechanical Surface Treatment, Wiley-VCH. ISBN 3-527-31371-0.
- SCHUSTER, J. 2009. Thermische Langzeitstabilität der Gefüge in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen. Diplomarbeit, TU Darmstadt.

-
- SCHÜTZ, W. 1971. Werkstoffoptimierung für schwingbeanspruchte Bauteile. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 2, 189-197.
- SCHÜTZ, W. 1986. Kugelstrahlen zur Verbesserung der Schwingfestigkeit von Bauteilen. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 17, 53-61.
- SEGAL, V. M., REZNIKOV, V. I., DROBYSHEVSKIY, A. E. & KOPYLOV, V. I. 1981. Plastic Working of Metals by Simple Shear. *Russian Metallurgy*, 99-105.
- SEMENOVA, I. P., SALIMGAREEVA, G. K., LATYSH, V. V., KUNAVIN, S. A. & VALIEV, R. Z. 2009a. Fatigue resistance of titanium with ultrafine-grained structure. *Metal Science and Heat Treatment*, 51, 87-91.
- SEMENOVA, I. P., SALIMGAREEVA, G. K., LATYSH, V. V., LOWE, T. & VALIEV, R. Z. 2009b. Enhanced fatigue strength of commercially pure Ti processed by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A*, 503, 92-95.
- SPIES, H.-J. 2010a. Eigenspannungen. In: LIEDTKE, D. (ed.) *Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen II, Nitrieren und Nitrocarburieren*. expert Verlag. ISBN 978-3-8169-2902-4.
- SPIES, H.-J. 2010b. Bildung und Wachstum von Nitrierschichten - Grundlagen. In: LIEDTKE, D. (ed.) *Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen II*. expert Verlag. ISBN 978-3-8169-2902-4.
- STARKER, P. & MACHERAUCH, E. 1983. Kugelstrahlen und Schwingfestigkeit. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 14, 109-115.
- STOLYAROV, V. V., SHUSTER, L. S., MIGRANOV, M. S., VALIEV, R. Z. & ZHU, Y. T. 2004. Reduction of friction coefficient of ultrafine-grained CP titanium. *Materials Science and Engineering: A*, 371, 313-317.

-
- SU, J.-Q., NELSON, T. W. & STERLING, C. J. 2005. Friction stir processing of large-area bulk UFG aluminum alloys. *Scripta Materialia*, 52, 135-140.
- SURESH, S. 1998. *Fatigue of materials*, Cambridge University Press. ISBN 0-521-57046-8.
- TAO, N. R., WANG, Z. B., TONG, W. P., SUI, M. L., LU, J. & LU, K. 2002. An investigation of surface nanocrystallization mechanism in Fe induced by surface mechanical attrition treatment. *Acta Materialia*, 50, 4603-4616.
- TOMASELLA, A., KAUNE, V., LANDERSHEIM, V., KAUFMANN, H., HANSELKA, H., BRUDER, E. & MÜLLER, C. 2012. Fatigue Properties and Analysis of Fracture Surface and Crack Path of Ultrafine-Grained Structures produced by Severe Plastic Deformation. 4th International Conference on "Crack Paths", Gaeta, Italien. 701-710.
- TONG, W. P., TAO, N. R., WANG, Z. B., LU, J. & LU, K. 2003. Nitriding iron at lower temperatures. *Science*, 299, 686-688.
- TONG, W. P., TAO, N. R., WANG, Z. B., ZHANG, H. W., LU, J. & LU, K. 2004. The formation of epsilon-Fe-3-N-2 phase in a nanocrystalline Fe. *Scripta Materialia*, 50, 647-650.
- TONG, W. P., HE, C. S., HE, J. C., ZUO, L., TAO, N. R. & WANG, Z. B. 2006. Strongly enhanced nitriding kinetics by means of grain refinement. *Applied Physics Letters*, 89.
- TONG, W. P., LIU, C. Z., WANG, W., TAO, N. R., WANG, Z. B., ZUO, L. & HE, J. C. 2007. Gaseous nitriding of iron with a nanostructured surface layer. *Scripta Materialia*, 57, 533-536.

-
- TONG, W. P., HAN, Z., WANG, L. M., LU, J. & LU, K. 2008. Low-temperature nitriding of 38CrMoAl steel with a nanostructured surface layer induced by surface mechanical attrition treatment. *Surface and Coatings Technology*, 202, 4957-4963.
- TSUJI, N., ITO, Y., SAITO, Y. & MINAMINO, Y. 2002. Strength and ductility of ultrafine grained aluminum and iron produced by ARB and annealing. *Scripta Materialia*, 47, 893-899.
- TSUJI, N., SAITO, Y., LEE, S. H. & MINAMINO, Y. 2003. ARB (Accumulative Roll-Bonding) and other new Techniques to Produce Bulk Ultrafine Grained Materials. *Advanced Engineering Materials*, 5, 338-344.
- VALIEV, R. Z. 1997a. Structure and mechanical properties of ultrafine-grained metals. *Materials Science and Engineering: A*, 234, 59-66.
- VALIEV, R. Z., SALIMONENKO, D. A., TSENEV, N. K., BERBON, P. B. & LANGDON, T. G. 1997b. Observations of high strain rate superplasticity in commercial aluminium alloys with ultrafine grain sizes. *Scripta Materialia*, 37, 1945-1950.
- VALIEV, R. Z., ISLAMGALIEV, R. K. & ALEXANDROV, I. V. 2000. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*, 45, 103-189.
- VALIEV, R. Z., ALEXANDROV, I. V., ZHU, Y. T. & LOWE, T. C. 2002. Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation. *Journal of Materials Research*, 17, 5-8.
- VALIEV, R. Z., SERGUEEVA, A. V. & MUKHERJEE, A. K. 2003. The effect of annealing on tensile deformation behavior of nanostructured SPD titanium. *Scripta Materialia*, 49, 669-674.

-
- VALIEV, R. Z., ESTRIN, Y., HORITA, Z., LANGDON, T. G., ZEHETBAUER, M. J. & ZHU, Y. T. 2006a. Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation. *JOM*, 58, 33-39.
- VALIEV, R. Z. & LANGDON, T. G. 2006b. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, 51, 881-981.
- VALIEV, R. Z. & NAZAROV, A. A. 2009. Bulk Nanostructured Materials by SPD Processing: Techniques, Microstructures and Properties. In: M. J. ZEHETBAUER, Y. T. Z. (ed.) *Bulk Nanostructured Materials*. Wiley-VCH. 978-3-527-31524-6.
- VINOGRADOV, A., MIMAKI, T., HASHIMOTO, S. & VALIEV, R. 1999. On the corrosion behaviour of ultra-fine grain copper. *Scripta Materialia*, 41, 319-326.
- VINOGRADOV, A. & HASHIMOTO, S. 2003. Fatigue of severely deformed metals. *Advanced Engineering Materials*, 5, 351-358.
- VUCIC, D. 2010. Methoden zum Herstellen und Weiterverarbeiten von Spaltprofilen. TU Darmstadt.
- WANG, S. G., SHEN, C. B., LONG, K., YANG, H. Y., WANG, F. H. & ZHANG, Z. D. 2005a. Preparation and electrochemical corrosion behavior of bulk nanocrystalline ingot iron in HCl acid solution. *Journal of Physical Chemistry B*, 109, 2499-2503.
- WANG, T. S., YU, J. K. & DONG, B. F. 2006. Surface nanocrystallization induced by shot peening and its effect on corrosion resistance of 1Cr18Ni9Ti stainless steel. *Surface & Coatings Technology*, 200, 4777-4781.

-
- WANG, Z. B., TAO, N. R., TONG, W. P., LU, J. & LU, K. 2003. Diffusion of chromium in nanocrystalline iron produced by means of surface mechanical attrition treatment. *Acta Materialia*, 51, 4319-4329.
- WANG, Z. B., LU, J. & LU, K. 2005b. Chromizing behaviors of a low carbon steel processed by means of surface mechanical attrition treatment. *Acta Materialia*, 53, 2081-2089.
- WEGST, C. W. 1998. *Stahlschlüssel*, Verlag Stahlschlüssel Wegst GmbH. ISBN 3-922599-14-1.
- WEI, Q., CHENG, S., RAMESH, K. T. & MA, E. 2004. Effect of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on the strain rate sensitivity and activation volume: fcc versus bcc metals. *Materials Science and Engineering: A*, 381, 71-79.
- XU, C. Z., WANG, Q. J., ZHENG, M. S., LI, J. D., HUANG, M. Q., JIA, Q. M., ZHU, J. W., KUNZ, L. V. & BUKSA, M. 2008. Fatigue behavior and damage characteristic of ultra-fine grain low-purity copper processed by equal-channel angular pressing (ECAP). *Materials Science and Engineering: A*, 475, 249-256.
- ZEHEBBAUER, M. J. 2009. Bulk nanostructured materials, Weinheim, Wiley-VCH-Verl. ISBN 978-3-527-31524-6.
- ZHAO, Y. H., GUO, Y. Z., WEI, Q., TOPPING, T. D., DANGELEWICZ, A. M., ZHU, Y. T., LANGDON, T. G. & LAVERNIA, E. J. 2009. Influence of specimen dimensions and strain measurement methods on tensile stress-strain curves. *Materials Science and Engineering: A*, 525, 68-77.
- ZHILYAEV, A. P., OH-ISHI, K., LANGDON, T. G. & MCNELLEY, T. R. 2005. Microstructural evolution in commercial purity aluminum during high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*, 410-411, 277-280.

ZHU, Y. T., LOWE, T. C. & LANGDON, T. G. 2004. Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 51, 825-830.

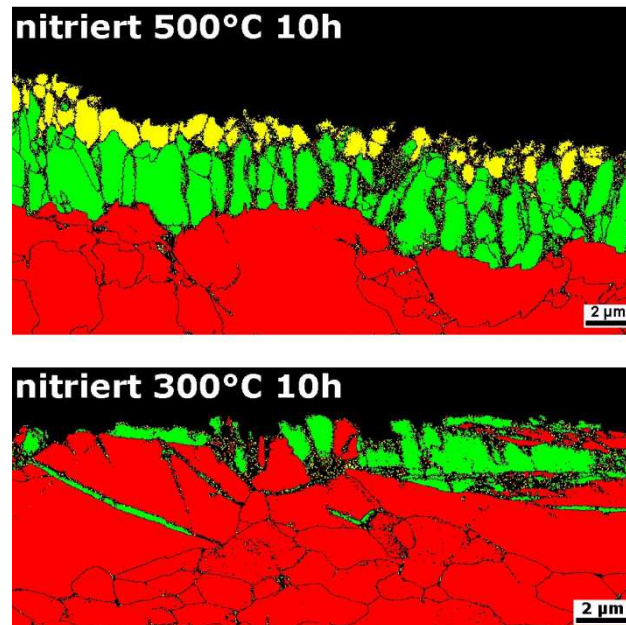


Abb. 89: EBSD-Aufnahmen ZStE 500, Zusammensetzung der Verbindungsschicht von nitriertem Coilmaterial

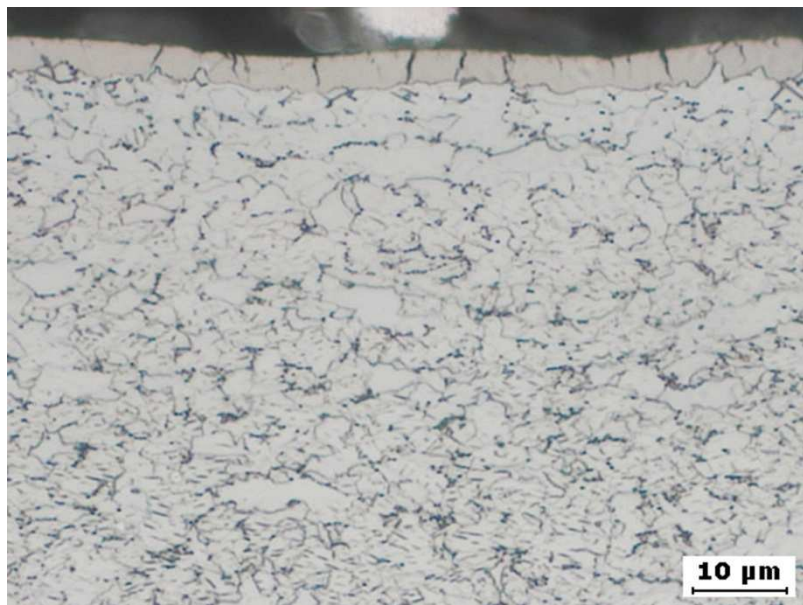


Abb. 90: ZStE 500 Coilmaterial (nitriert 500°C 10 h), nach der Ermüdungsbelastung zeigen dauerfeste Proben im Querschliff Risse im Bereich der Verbindungsschicht

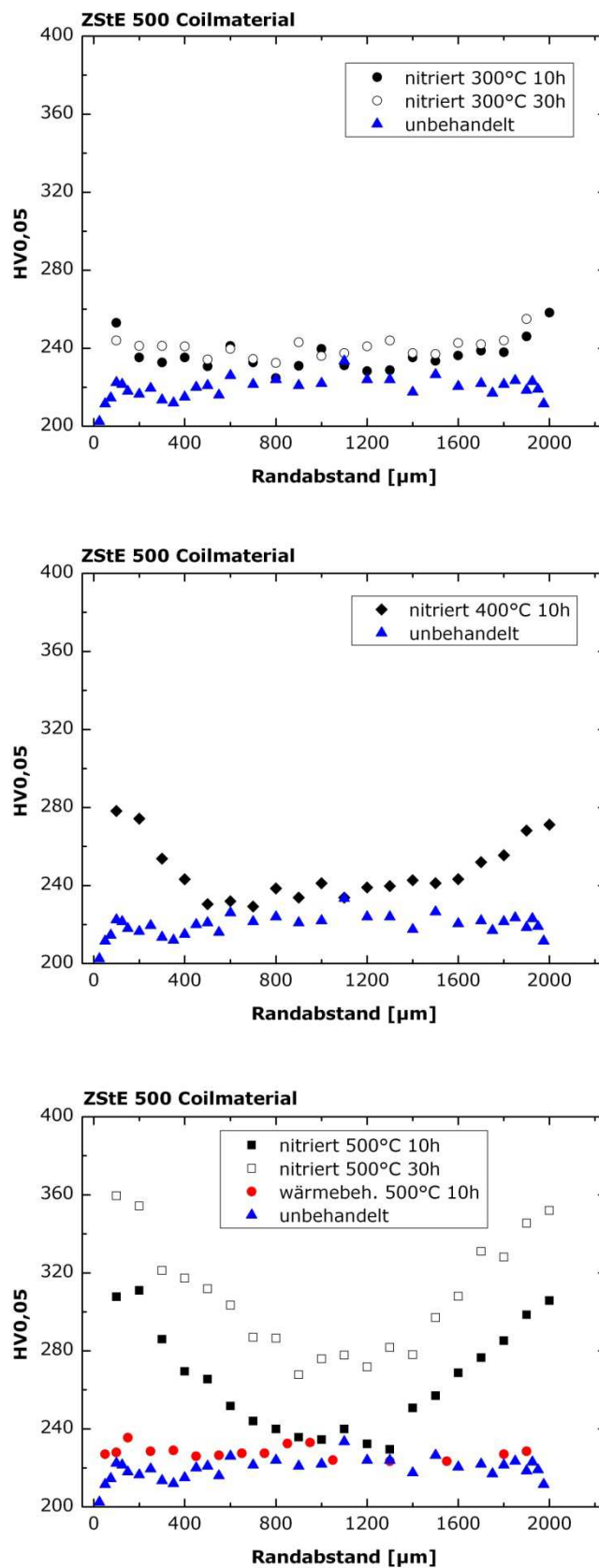


Abb. 91: ZStE 500, Härteverläufe an Querschliffen des nitrierten Coilmaterials

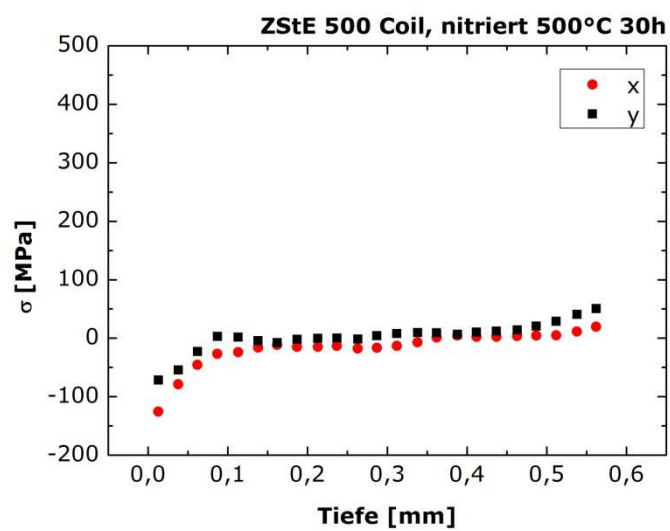
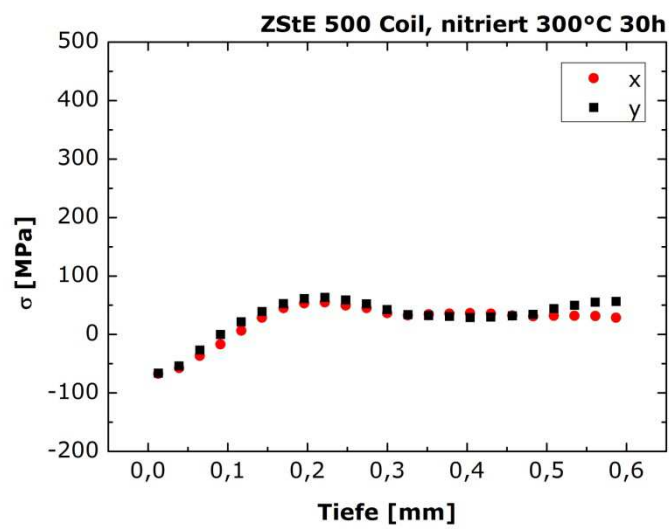
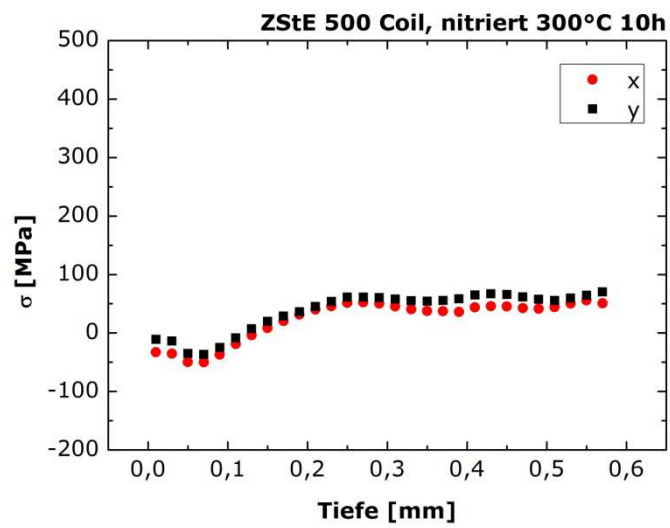


Abb. 92: ZStE 500 Coilmaterial, Eigenspannungsverläufe nach dem Nitrieren bei 300°C für 10 bzw. 30 Stunden sowie nach dem Nitrieren bei 500°C für 30 Stunden

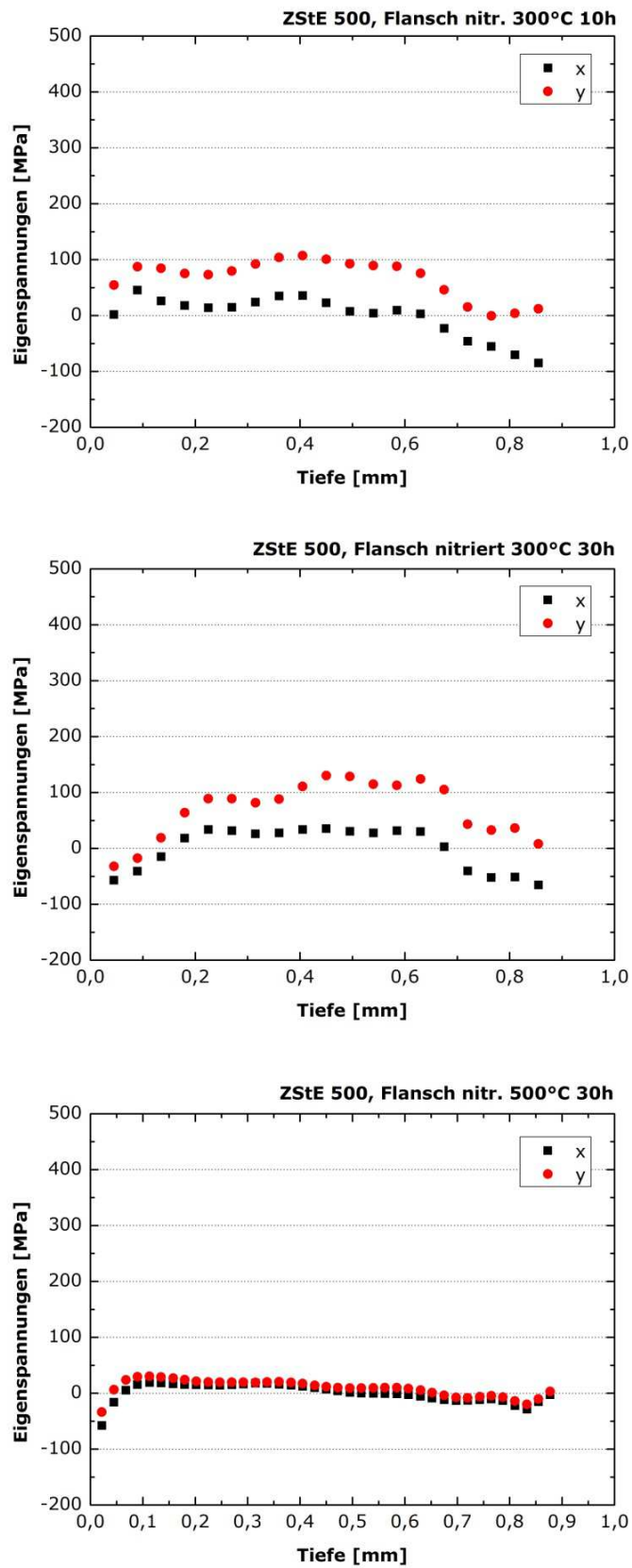


Abb. 93: ZStE 500 Flansch, Eigenspannungsverläufe nach dem Nitrieren bei 300°C für 10 bzw. 30 Stunden sowie nach dem Nitrieren bei 500°C für 30 Stunden

Tabelle 19: DD11 Platinenmaterial, Daten von σ_{\max} und σ_{\min} bei Ermüdungsbelastung, nach der Balkentheorie berechnet und durch Abaqus korrigiert

	σ_{\max} [MPa]	σ_{\min} [MPa]	$\sigma_{\max, \text{ korr}}$ [MPa]	$\sigma_{\min, \text{ korr}}$ [MPa]	N_B
ungestrahlt	644	129	392	-81	10^7
	1006	201	530	-83	110.000
	942	189	488	-75	167.000
	837	167	454	-72	315.000
1 bar	874	175	531	-30	212.000
	830	166	516	-27	296.000
2 bar	879	176	553	-10	177.000
	831	166	561	0	292.000
3 bar	873	175	560	-10	163.000
	833	167	547	-8	146.000
4 bar	871	174	589	5	119.000
	836	167	560	14	130.000
5 bar	871	174	584	-74	142.000
	831	166	590	-80	118.000



Lebenslauf

Persönliche Angaben

Name	Jennifer Bödecker, geb. Schuster
Geburtsdatum	12.02.1984
Geburtsort	Viernheim

Schulbildung

1990-1994	Grundschule, Frankenschule Darmstadt-Eberstadt
1994-2003	Lichtenberggymnasium Darmstadt

Universitäre Ausbildung

2003-2009	Studium der Materialwissenschaft an der Technischen Universität Darmstadt
11/2008 – 05/2009	Diplomarbeit im Fachgebiet Physikalische Metallkunde mit dem Thema <i>Thermische Langzeitstabilität der Gefüge in Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen</i> , Abschluss als Diplom-Ingenieur
Seit 07/2009	Wissenschaftliche Mitarbeiterin und Doktorandin im Fachgebiet Physikalische Metallkunde im Fachbereich Materialwissenschaft an der Technischen Universität Darmstadt



Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre hiermit an Eides statt, dass ich meine Dissertation selbständig und nur mit den angegebenen Hilfsmitteln angefertigt habe. Ich habe noch keinen Promotionsversuch unternommen.

Darmstadt, den



Danksagung

Die vorliegende Arbeit wurde im Zeitraum von Juli 2009 bis August 2013 am Fachgebiet Physikalische Metallkunde des Fachbereichs Material- und Geowissenschaften der Technischen Universität Darmstadt angefertigt. Sie entstand im Rahmen des von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) geförderten Sonderforschungsbereichs (SFB) 666 „Integrale Blechbauweisen höherer Verzweigungsordnung – Entwicklung, Fertigung, Bewertung“. Allen, die zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben, möchte ich an dieser Stelle meinen herzlichen Dank aussprechen, insbesondere:

Herrn Prof. Dr.-Ing. C. Müller für die Möglichkeit, diese Arbeit in der Physikalischen Metallkunde durchführen zu können. Sein stets entgegengebrachtes Vertrauen und die vielen anregenden Diskussionen haben wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen;

Herrn Prof. Dr. W. Ensinger vom Fachgebiet Materialanalytik für die Übernahme des Koreferats;

Herrn Prof. Dr.-Ing. Dipl. Wirtsch.-Ing. P. Groche vom Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen der TU Darmstadt für die stets fruchtbare Kooperation mit seinem Institut;

Herrn E. Bruder für seine stete Diskussions- und Hilfsbereitschaft;

Frau C. Wasmund, Frau P. Neuhäusel und Frau U. Kunz für die Unterstützung bei der Versuchsdurchführung;

Herrn J. Niehuesbernd für die Durchführung der FEM Simulationen und die Spannungsmessungen;

Herrn W. Koch, Herrn M. Mansfeld, Herrn J. Binzen und Herrn S. Bruns für die Probenpräparation;

Herrn C. Ludwig und Herrn W. Schmitt für die Herstellung der Spaltprofile und Spaltbiegeprofile und ihre Unterstützung bei maschinenbaulichen Fragen;

Frau V. Kaune, Frau A. Fuchs und Frau C. Hempel sowie allen Mitarbeitern der Physikalischen Metallkunde für die gute Zusammenarbeit und die angenehme Arbeitsatmosphäre;

Meiner Familie und besonders Gregor für das mir entgegengebrachte Verständnis während der Anfertigung dieser Arbeit und den Rückhalt in jeder Situation.